



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 295 274**

(51) Int. Cl.:

A61K 9/50 (2006.01)

A61K 8/00 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02021148 .8**

(86) Fecha de presentación : **24.09.2002**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1413298**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **28.04.2004**

(54) Título: **Procedimiento para la obtención de macrocápsulas.**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

(73) Titular/es: **Cognis IP Management GmbH
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE**

(72) Inventor/es: **Viladot Petit, Josef-Lluis;
Wollmann, Gerhard y
Müller, Ralf**

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, 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).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la obtención de macrocápsulas.

5 **Campo de la invención**

La invención se encuentra en el campo de las preparaciones cosméticas y farmacéuticas y se refiere a un procedimiento para la obtención de macrocápsulas mediante goteo en un baño de coagulación.

10 **Estado de la técnica**

Se entenderán por el técnico en la materia, bajo la expresión de “macrocápsulas”, aquellos agregados esféricos con un diámetro comprendido en el intervalo desde aproximadamente 0,1 hasta aproximadamente 5 mm, que contengan, al menos, un núcleo sólido o líquido, que esté rodeado por, al menos, un recubrimiento continuo. Dicho exactamente, se trata de fases líquidas o sólidas, finamente dispersadas, recubiertas con polímeros formadores de película, durante cuya obtención se precipitan los polímeros sobre el material que debe ser recubierto, tras emulsión y coacervación o polimerización en la superficie límite. Según otro procedimiento se absorberán ceras fundidas en una matriz (“micro-esponjas”), que pueden recubrirse adicionalmente con polímeros formadores de película a modo de micropartículas. Las pequeñas cápsulas, microscópicas, también denominadas nanocápsulas, pueden secarse como el polvo. Además de las microcápsulas de un solo núcleo se conocen, también, agregados polinucleares, denominados también micro-esferas, que contienen dos o varios núcleos distribuidos en el material de revestimiento continuo. Las microcápsulas con un núcleo o con varios núcleos pueden estar rodeadas, además, por un segundo, por un tercer, etc. recubrimiento adicional. El recubrimiento puede estar constituido por materiales naturales, semisintéticos o sintéticos. Los materiales de recubrimiento naturales son, por ejemplo, la goma arábiga, el agar-agar, la agarosa, la maltodextrina, el ácido alginico o bien sus sales, por ejemplo el alginato de sodio o de calcio, las grasas y los ácidos grasos, el alcohol cetílico, el colágeno, el quitosano, la lecitina, la gelatina, la albúmina, la goma laca, los polisacáridos tales como el almidón o el dextrano, los polipéptidos, los hidrolizados de proteína, la sucrosa y las ceras. Los materiales de recubrimiento semisintéticos son, entre otros, las celulosas químicamente modificadas, especialmente los ésteres y los éteres de celulosa, por ejemplo el acetato de celulosa, la etilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, la hidroxipropilmetilcelulosa y la carboximetilcelulosa, así como los derivados del almidón, especialmente los éteres y los ésteres de almidón. Los materiales de recubrimiento sintéticos son, por ejemplo, los polímeros tales como los poliacrilatos, las poliamidas, el alcohol polivinílico o la polivinilpirrolidona.

Ejemplos de cápsulas, del estado de la técnica, son los productos comerciales siguientes (se ha dado entre paréntesis el correspondiente material de revestimiento): *Hallcrest Microcapsules*TM (gelatinas, goma arábiga), *Coletica Thalaspheeres*[®] (colágeno marítimo), *Lipotec Millicapseln*TM (ácido alginico, agar-agar), *Induchem Unispheres*[®] (lactosa, celulosa microcristalina, hidroxipropilmetilcelulosa); *Unicerin*[®] C30 (lactosa, celulosa microcristalina, hidroxipropilmetilcelulosa), *Kobo Glycospheres*[®] (almidón modificado, ésteres de ácidos grasos, fosfolípidos), *Softspheres*[®] (agar-agar modificado) y *Kuhs Probiol Nanospheres*[®] (fosfolípidos) así como *Primaspheres*[®] y *Primasponges*[®] (quitosano, alginatos) y *Primasys*[®] (fosfolípidos).

Las cápsulas de quitosano y los procedimientos para su obtención constituyen el objeto de solicitudes de patente anteriores de la solicitante [WO 01/01926, WO 01/01927, WO 01/01928, WO 01/01929]. Las cápsulas que están constituidas por una membrana de recubrimiento y por una matriz, que contiene los productos activos, pueden obtenerse, por ejemplo, si

(a1) se prepara una matriz a partir de los formadores de gel, de los quitosanos y de los productos activos,

(a2) en caso dado, se dispersa la matriz en una fase oleaginoso,

(a3) se trata la matriz dispersada con soluciones acuosas de polímeros aniónicos y, en caso dado, se elimina en este caso la fase oleaginoso;

55 o

(b1) se prepara una matriz a partir de los formadores de gel, de los polímeros aniónicos y de los productos activos,

(b2) en caso dado, se dispersa la matriz en una fase oleaginoso,

(b3) se trata la matriz dispersada con soluciones acuosas de quitosano y, en caso dado, se elimina en este caso la fase oleaginoso;

65 o

(c1) se elaboran preparaciones acuosas del producto activo con cuerpos oleaginosos en presencia de emulsionantes para dar emulsiones aceite-en-agua (O/W),

(c2) se tratan las emulsiones, obtenidas de este modo, con soluciones acuosas de los polímeros aniónicos,

(c3) la matriz, obtenida de este modo, se pone en contacto con soluciones acuosas de quitosano y

(c4) los productos encapsulados, obtenidos de este modo, se separan de la fase acuosa.

Las cápsulas, obtenidas de este modo, presentan, sin embargo, por regla general diámetro especialmente pequeños, es decir que no pueden fabricarse por esta vía de manera estable, especialmente aquellas estructuras que presenten un diámetro medio por encima de 1 mm.

De igual modo se conocen también por otras publicaciones productos activos encapsulados. De este modo, por ejemplo, la publicación WO 99/065463 A1 (Ben Gurion University) divulga sistemas para la liberación retardada de productos activos, que están constituidos por una matriz porosa y por el producto activo contenido en la misma. Los sistemas se obtienen mediante goteo de una matriz de alginato en un baño de cloruro de calcio. El objeto de la publicación US 5,550,178 (VivoRx) consiste en un procedimiento para el encapsulamiento de productos activos biológicos, en el que el recubrimiento se forma mediante la reticulación con un polisacárido o con un polianión. Se conoce por la publicación WO 93/024112 A1 (Clover) la microencapsulación de células, presentándose éstas suspendidas en un núcleo sólido constituido por alginatos. Finalmente, se ha propuesto en la publicación WO 91/007951 A1 el encapsulamiento de células de Langerhans en una matriz de alginato/PLL.

La tarea de la presente invención consistía, por lo tanto, en poner a disposición nuevas cápsulas para el alojamiento de productos activos, que estuviesen exentas de los inconvenientes del estado de la técnica y que, de manera especial, presentasen un diámetro medio en el intervalo comprendido entre 0,1 y 5, de manera preferente comprendido entre 1 y 4 y, de manera especial, comprendido entre 1,5 y 2 mm, y que fuesen estables en este caso tanto en un medio ambiente con tensioactivos así como también en el caso de un almacenamiento a temperatura. Una tarea adicional consistía, además, en el revestimiento completo, es decir prácticamente en ausencia de residuos, de los componentes que deben ser encapsulados, por ejemplo en lo que se refiere al destañido de líquidos.

Descripción de la invención

El objeto de la invención es un procedimiento para la fabricación en continuo de macrocápsulas, que están constituidas por una membrana de recubrimiento y por un producto activo encerrado en la misma, de manera especial aquellas con un diámetro medio en el intervalo comprendido entre 0,1 y 5, de manera preferente comprendido entre 1 y 4 y, de manera especial, comprendido entre 1,5 y 2 mm, según el cual

(a1) se ejerce una vibración con ayuda de una membrana oscilante sobre una preparación acuosa que contiene, al menos, un compuesto polianiónico y, al menos, un producto activo y se gotea a través de, al menos, una boquilla y

(a2) se introducen las gotas, obtenidas de este modo, en un baño de coagulación, que contiene, al menos, un compuesto policatiónico,

o

(b1) se ejerce una vibración con ayuda de una membrana oscilante sobre una preparación acuosa que contiene, al menos, un compuesto policatiónico y, al menos, un producto activo y se gotea a través de, al menos, una boquilla y

(b2) se introducen las gotas, obtenidas de este modo, en un baño de coagulación, que contiene, al menos, un compuesto polianiónico.

Las macrocápsulas, obtenidas de este modo, que se forman mediante una generación espontánea del recubrimiento entre los compuestos poliónicos, con cargas de sentidos opuestos, se caracterizan, de manera especial, porque son estables, a pesar de su diámetro considerable, incluso bajo la acción de la temperatura y en presencia de tensioactivos. La oclusión de los productos activos, que deben ser encapsulados, se lleva a cabo de manera espontánea y es completa, lo cual puede reconocerse, por ejemplo, porque en el caso de la encapsulación de pigmentos colorantes solubles, no se presenta una coloración del baño de coagulación. Por lo tanto la invención es adecuada también para el destañido de soluciones de colorantes.

Instalaciones para el goteo

El goteo de líquidos mediante la aplicación de una vibración, que se genera con ayuda de una membrana oscilante, se conoce ya para la elaboración de ceras sintéticas, resinas así como poliésteres de baja viscosidad, aún cuando se utilizan fusiones con esta finalidad, conduciéndose a contracorriente con las mismas entonces un agente refrigerante, para la solidificación. Las piezas componentes, correspondientes, son comercializadas, por ejemplo, por la firma

ES 2 295 274 T3

Rieter-Automatik GmbH bajo la denominación "Droppo Line". La rotura de las gotas se lleva a cabo por medio de un elevado efecto de cizalla producido por la retrovibración de la membrana. En el sentido de la invención se elegirá la frecuencia de la oscilación de tal manera, que queden ocluidas en las gotas primarias las gotas secundarias que se forman, de manera usual, en el momento del goteo, con lo cual se asegura un cuadro regular de las gotas con una distribución del tamaño de las gotas de forma casi uniforme. La frecuencia de la vibración de la membrana se encuentra, de manera típica, en el intervalo comprendido entre 100 y 1.000 y, de manera preferente, en el intervalo comprendido entre 500 y 800 Hz.

El propio goteo puede llevarse a cabo, por ejemplo, a través de una boquilla individual o a través de una placa de boquillas con 10 hasta 500, de manera preferente con 50 hasta 100 aberturas. Cuando se utilice una boquilla individual podrá diferenciarse, a su vez, entre una boquilla para un solo producto y una boquilla para varios productos. Mientras que en el caso de las boquillas para un solo producto preferentes, que pueden ser recambiadas, se añaden al baño de coagulación tanto los componentes polianiónicos o bien policatiónicos así como también los productos activos, que deben ser encapsulados, así como, en caso dado, otros componentes tales como, por ejemplo, los emulsionantes, los reguladores de la viscosidad o los aditivos del pH en forma de mezcla, la boquilla para varios productos permite la mezcla de los componentes individuales, es decir, por ejemplo, del compuesto polianiónico y del producto activo en la boquilla. Cuando se utiliza una boquilla con un solo orificio - ya sea una boquilla para un solo producto o una boquilla para varios productos - se configurará el cono de entrada de la boquilla preferentemente de tal manera, que se forme una entrada prácticamente exenta de pérdida de presión. Las boquillas para varios productos están constituidas por un tubo central y por un tubo externo, dispuesto coaxialmente con respecto al anterior, que está fresado longitudinalmente y de manera inclinada en el extremo, por regla general, entre 0,1 y 0,3 el diámetro del tubo central. En este caso se ha revelado ventajoso que el material de revestimiento fluya a través del tubo externo y que el producto activo, que debe ser encapsulado, fluya a través del tubo central. En ambos casos, las boquillas presentan, de manera preferente, aberturas con un diámetro en el intervalo comprendido entre 0,2 y 2, de manera preferente en el intervalo comprendido entre 0,3 y 0,8 mm. Para la fabricación en continuo de las macrocápsulas se ha revelado ventajoso el empleo de placas de boquillas en lugar de las boquillas individuales, que presenten aberturas con un diámetro en el intervalo comprendido entre 0,3 y 1, de manera preferente comprendido entre 0,5 y 0,8 mm y que estén formadas de tal manera que reine en todos los orificios prácticamente la misma presión.

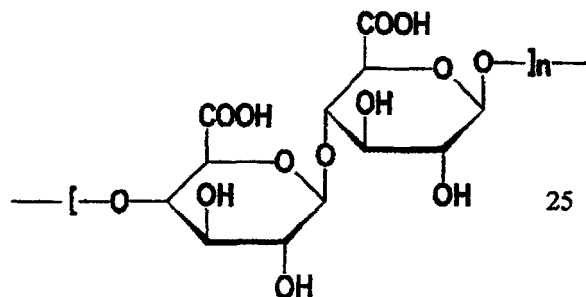
Básicamente puede llevarse a cabo el goteo en un baño de coagulación, que esté proyectado como recipiente de agitación o en forma de cuba. Sin embargo, en este caso existe el peligro de que las cápsulas choquen y se peguen entre sí. De igual modo pueden destruirse de nuevo las cápsulas durante la agitación y liberarse su contenido; finalmente el proceso de agitación conduce también a un aumento de la temperatura no deseado, debido al aporte de energía de tal manera, que se limita el caudal. Con el fin de evitar estos inconvenientes, el baño de coagulación está constituido en una forma especialmente preferente de realización de la presente invención, por un canal de flujo que, de manera típica, es parte de un circuito cerrado con refrigeración, con bomba y con dispositivo de separación. En la figura 1 se ha representado un esquema de flujos del conjunto de la instalación. Para conseguir un flujo homogéneo en el canal de flujo se ha revelado ventajoso calmar el flujo de entrada a través de un tamiz de mallas. El goteo se lleva a cabo a continuación en un flujo muy homogéneo, que transporta las gotas a partir de la zona de introducción de las gotas de una manera tan rápida, que no pueden entrar en contacto ni pueden pegarse con las gotas subsiguientes. Mediante la elección específica de la conducción del flujo se mueven las gotas de tal manera, que se humedecen de manera uniforme en la solución de coagulación, lo cual hace que la formación del recubrimiento se lleve a cabo de manera directa y uniforme alrededor del conjunto de la gota mediante la reacción del compuesto polianiónico con el compuesto policatiónico y que se formen agregados en forma de esfera.

En tanto en cuanto las cápsulas no estén completamente endurecidas, éstas flotan; a medida que avanza el endurecimiento, éstas se sedimentan. En otra forma preferente de realización de la invención se conduce el flujo a través de una serie de represas conectadas en serie de tal manera que se establezca un nivel constante y se transporten las cápsulas tanto flotantes como también sedimentadas de tal manera que no choquen entre sí durante el proceso de endurecimiento. El caudal de las boquillas y la longitud del canal de flujo pueden adaptarse entre sí de manera rutinaria por parte del técnico en la materia de tal manera, que las cápsulas se endurezcan en el canal de flujo. A continuación pueden separarse, sin pegado mutuo, a partir de la solución de coagulación en circulación, por ejemplo mediante separación por tamización o con ayuda de un hidrociclón. En el caso de un trabajo en continuo pueden establecerse, de este modo, caudales en el intervalo comprendido entre 1 y 3 kg/h/boquilla - referido a la cantidad de las macrocápsulas formadas -.

60 *Compuestos polianiónicos*

La encapsulación se lleva a cabo, como ya se ha indicado, mediante la reacción en la superficie límite comprendida entre los compuestos poliónicos, que presentan cargas de signos opuestos. La reacción es espontánea y completa, siendo más espesos el revestimiento y las gotas a medida que aumenta el tiempo de la reacción. En el intervalo de la resistencia mecánica suficiente pueden conseguirse, sin problemas, espesores para la pared de la cápsula en el intervalo comprendido entre 10 y 70 μm . En este caso carece básicamente de importancia el que sea goteado el compuesto polianiónico, junto con el producto activo, en el baño de coagulación, que contiene el compuesto policatiónico o

a la inversa. Como compuestos polianiónicos son adecuados, de manera especial, las sales del ácido algínico. El ácido algínico está constituido por una mezcla de polisacáridos que contienen grupos carboxilo con el componente monómero idealizado siguiente:

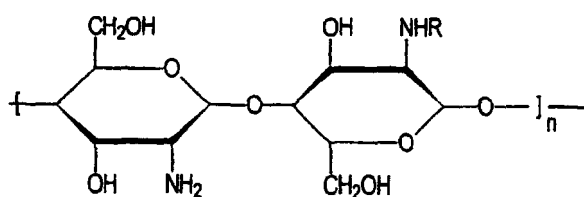


El peso molecular promedio del ácido algínico o bien de los alginatos se encuentra en el intervalo desde 150.000 hasta 250.000. En este caso deben entenderse por sales del ácido algínico tanto sus productos de neutralización completa como también sus productos de neutralización parcial, especialmente las sales alcalinas y entre éstas de manera preferente el alginato de sodio ("algina") así como las sales de amonio y de metales alcalinotérreos. Son especialmente preferentes los alginatos mixtos, como por ejemplo los alginatos de sodio/magnesio o los alginatos de sodio/calcio. En una forma alternativa de realización de la invención entran en consideración para esta finalidad sin embargo incluso derivados aniónicos del quitosano, como por ejemplo los productos de carboxilación y, ante todo, los productos de succinilación. De manera alternativa, entran en consideración, de igual modo, los poli(met)acrilatos con pesos moleculares promedios en el intervalo comprendido entre 5.000 y 50.000 Daltons, así como las diversas carboximetilcelulosas. Para la formación de la membrana de revestimiento pueden emplearse, en lugar de los polímeros aniónicos, de igual modo los tensioactivos aniónicos o las sales inorgánicas de bajo peso molecular, tales como, por ejemplo, los pirofosfatos. De manera usual se emplean los compuestos polianiónicos en forma de soluciones acuosas con una concentración comprendida entre el 0,5 y el 1,5% en peso.

Compuestos policationicos

A título de compuestos policationicos entran en consideración las sales metálicas solubles en agua, polivalentes, de manera especial el cloruro de calcio, así como los polímeros catiónicos, en particular el quitosano. Los polímeros catiónicos adecuados son, por ejemplo, derivados catiónicos de la celulosa, tal como, por ejemplo, una hidroxietilcelulosa cuaternizada, que puede adquirirse bajo de denominación Polymer JR 400® de Amerchol, almidones catiónicos, copolímeros de sales de dialilamonio y acrilamidas, polímeros de vinilpirrolidona/vinilimidazol cuaternizados tal como por ejemplo el Luviquat® (BASF), productos de condensación de poliglicoles y aminas, polipéptidos de colágeno cuaternizados tal como, por ejemplo, colágeno hidrolizado de hidroxipropilaurildimonio (Lamequat®/Grünau), polipéptidos de trigo cuaternizados, polietilenimina, polímeros catiónicos de silicona tal como por ejemplo amidometicona, copolímeros del ácido adípico y dimetilaminohidroxipropildietilentriamina (Cartaretine®/Sandoz), copolímeros del ácido acrílico con cloruro de dimetildialilamonio (Merquat® 550/Chemviron), poliaminopoliamidas así como sus polímeros solubles en agua, reticulados, derivados catiónicos de quitina tal como por ejemplo quitosano cuaternizado, en caso dado distribuidos de manera microcristalina, productos de condensación de dihalógenoalquileño tal como, por ejemplo, dibromobutano con bisdialquilaminas tal como por ejemplo bis-dimetilamino-1,3-propano, goma guar catiónica tal como por ejemplo Jaguar® CBS, Jaguar® C-17, Jaguar® C-16 de la firma Celanese, polímeros cuaternarios de sales de amonio tales como, por ejemplo Mirapol® A-15, Mirapol® AD-1, Mirapol® AZ-1 de la firma Miranol.

En una forma especial de realización de la invención entran en consideración los quitosanos a título de compuestos policationicos. Los quitosanos representan biopolímeros y pertenecen al grupo de los hidrocoloides. Desde el punto de vista químico se trata de quitinas parcialmente desacetiladas con pesos moleculares variables, que contienen las unidades monómeras -idealizadas- siguientes:



En contra de lo que ocurre en la mayoría de los hidrocoloides, que están cargados negativamente en el campo de los valores biológicos del pH, los quitosanos representan, bajo estas condiciones, biopolímeros catiónicos. Los quitosanos, cargados positivamente pueden interaccionar con superficies cargadas con signo contrario y, por lo tanto, se emplean en agentes cosméticos para el cuidado del cabello y el cuidado corporal así como en preparaciones farmacéu-
 5 ticas. Para la obtención de los quitosanos se parte de quitina, de manera preferente de restos de conchas de crustáceos, que están disponibles en grandes cantidades a modo de materia prima barata. Usualmente, la quitina se desproteíniza, en este caso, según un procedimiento, que ha sido descrito por primera vez por Hackmann *et al.*, en primer lugar mediante la adición de bases, se desmineraliza mediante la adición de ácidos minerales y, finalmente se desacetila mediante adición de bases fuertes, pudiendo estar distribuido el peso molecular dentro de un amplio espectro. Pre-
 10 ferentemente se emplearán aquellos tipos que presentan un peso molecular promedio desde 10.000 hasta 500.000 o bien desde 800.000 hasta 1.200.000 Daltons y/o una viscosidad según Brookfield (al 1% en peso en ácido glicólico) por debajo de 5.000 mPas, un grado de desacetilación en el intervalo desde un 80 hasta un 88% y un contenido en cenizas menor que el 0,3% en peso. Con objeto de mejorar la solubilidad en agua, los quitosanos son empleados, por regla general, en forma de sus sales, de manera preferente a modo de glicolatos. En una forma de realización espe-
 15 cialmente ventajosa de la presente invención se emplearán, a título de compuestos policationicos, mezclas de cloruro de calcio y de quitosano, de manera preferente en la relación en peso comprendida entre 20 : 80 y 80 : 20; de este modo se obtienen recubrimientos muy estables y, sin embargo, flexibles. De manera usual se emplean los compues- tos policationicos en forma de soluciones acuosas con una concentración comprendida entre un 0,5 y un 1,5% en peso.

20

Productos activos

La elección de los productos activos, que deben ser encapsulados, no es crítica en el sentido de la invención y depende, de manera exclusiva, de la tarea planteada. Ejemplos típicos son los productos oleoquímicos, los cata-
 25 lizadores, los tensioactivos, los enzimas, los materiales de cambio de fase (phase changing materials) (PCMs), los cuerpos oleaginosos, los productos activos biógenos, los antioxidantes, los filtros para los UV, los agentes anticasca, las esencias perfumantes y los aromas, los emulsionantes, los colorantes o bien los pigmentos colorantes así como las emulsiones completas cosméticas o farmacéuticas. Por regla general se emplearán los productos activos en cantida-
 30 des comprendidas entre un 0,5 y un 70, de manera preferente comprendidas entre un 1 y un 35% en peso - referido a las soluciones acuosas de los compuestos polianiónicos o bien policationicos -. A continuación se citan ejemplos típicos.

Productos oleoquímicos

Los productos oleoquímicos adecuados son los triglicéridos, los glicéridos parciales, los ácidos grasos, los ésteres de alquilo inferior de los ácidos grasos así como los alcoholes grasos.

40

Tensioactivos

A título de productos tensioactivos pueden encapsularse tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos y/o anfóteros o bien zwitteriónicos. Ejemplos típicos de tensioactivos aniónicos son jabones, los alquilbencenosulfonatos, los alcanosulfonatos, los olefinasulfonatos, los étersulfonatos de alquilo, los étersulfonatos de glicerina, los α -me-
 45 tiléstersulfonatos, los ácidos sulfograsos, los alquilsulfatos, los alquilétersulfatos, los étersulfatos de glicerina, los étersulfatos de ácidos grasos, los hidroxilétersulfatos mixtos, los monoglicérido(éter)sulfatos, los amido(éter)sulfatos de ácidos grasos, los mono- y dialquilsulfosuccinatos, los mono- y dialquilsulfosuccinamatos, los sulfotriglicéridos, los jabones de amidas, los ácidos etercarboxílicos y sus sales, los isetionatos de ácidos grasos, los sarcosinatos de ácidos grasos, los tauridos de ácidos grasos, los N-acilaminoácidos tales como, por ejemplo, los lactilatos de acilo, los tartratos de acilo, los glutamatos de acilo y los aspartatos de acilo, los alquiloligoglucósidosulfatos, los conden-
 50 sados de ácidos grasos de proteína (especialmente productos vegetales a base de trigo) y los alquil(éter)fosfatos. En tanto en cuanto los tensioactivos aniónicos contengan cadenas de poliglicoléter, éstas pueden presentar una distri- bución convencional de los homólogos, pero, sin embargo, de manera preferente, constreñida. Ejemplos típicos de tensioactivos no iónicos son el poliglicoléter de alcoholes grasos, el alquilfenolpoliglicoléter, el poliglicoléster de áci-
 55 dos grasos, el amidapoliglicoléter de ácidos grasos, el poliglicoléter de aminas grasas, los triglicéridos alcoxlados, los éteres mixtos o bien los formales mixtos, los alqu(en)iloligoglucósidos, en caso dado oxidados de manera parcial o bien los derivados del ácido glucorónico, las N-alquilglucamidas de ácidos grasos, los hidrolizados de proteína (es- pecialmente productos vegetales a base de trigo), los ésteres de polioli de los ácidos grasos, los ésteres sacáricos, los ésteres de sorbitán, los polisorbatos y los óxidos de aminas. En tanto en cuanto los tensioactivos no iónicos contengan cadenas de poliglicoléter, éstas pueden presentar una distribución convencional de los homólogos, pero, sin embargo, de manera preferente, constreñida. Ejemplos típicos de los tensioactivos catiónicos son los compuestos de amonio cuaternario, tales como, por ejemplo, el cloruro de dimetildiestearilamonio, y los ésterquats, de manera especial las sales cuaternizadas de los ésteres de trialcanolamina de los ácidos grasos. Ejemplos típicos de tensioactivos anfóte-
 60 ros o bien zwitteriónicos son las alquilbetaínas, las alquilamidobetaínas, los aminopropionatos, los aminoglicinatos, las betaínas de imidazolinium y las sulfobetaínas. Los tensioactivos citados están constituidos, de manera exclusiva, por compuestos conocidos. Ejemplos típicos de los tensioactivos suaves, especialmente adecuados, es decir espe- cialmente compatibles con la piel, son los poliglicolétersulfatos de los alcoholes grasos, los monoglicéridosulfatos,

65

los sulfosuccinatos de monoalquilo y/o de dialquilo, los isetionatos de los ácidos grasos, los sarcosinatos de los ácidos grasos, los tauridos de los ácidos grasos, los glutamatos de los ácidos grasos, los α -olefinasulfonatos, los ácidos etercarboxílicos, los alquiloligoglucósidos, las glucamidas de los ácidos grasos, las alquilamidobetaínas, los anfoacetales y/o los condensados de proteínas con ácidos grasos, éstos últimos, de manera preferente, a base de proteínas de trigo.

Enzimas

Como enzimas entran en consideración, especialmente, aquellas de las clases de las hidrolasas, tales como las proteasas, las esterasas, las lipasas o bien las enzimas de acción lipolítica, las amilasas, las celulasas o bien otras glicosilhidrolasas y mezclas de los enzimas citados. Todas estas hidrolasas contribuyen en el lavado a la eliminación de manchas tales como manchas que contienen proteína, grasa o almidón, y del agrisado. Las celulasas y otras glicosilhidrolasas pueden contribuir al mantenimiento de los colores y al aumento de la suavidad de los textiles mediante la eliminación de la formación de pelotillas (pilling) y de las microfibrillas. También pueden emplearse óxidoreductasas para el blanqueo o bien para la inhibición del corrido de los colores. Son especialmente adecuados los productos activos enzimáticos obtenidos a partir de cepas bacterianas o de hongos, tales como *Bacillus subtilis*, *Bacillus licheniformis*, *Streptomyces griseus* y *Humicola insolens*. Preferentemente, se emplearán proteasas del tipo subtilisina y, especialmente, proteasas que se obtienen a partir de *Bacillus lentus*. En este caso tienen un interés especial las mezclas enzimáticas, por ejemplo constituidas por proteasas y amilasas o por proteasas y lipasas o bien por enzimas de acción lipolítica o proteasas y celulasas o por celulasas y lipasas o bien por enzimas de acción lipolítica o por proteasas, amilasas y lipasas o bien enzimas de acción lipolítica o por proteasas, lipasas o bien enzimas de acción lipolítica y celulasas, especialmente sin embargo mezclas que contengan proteasas y/o lipasas o bien mezclas con enzimas de acción lipolítica. Ejemplos de tales enzimas de acción lipolítica son las conocidas cutinasas. También se han revelado como adecuadas en algunos casos las peroxidasas o las oxidasas. A las amilasas adecuadas pertenecen, especialmente α -amilasas, iso-amilasas, pululaninas y pectinasas. A modo de celulasas se emplearán, de manera preferente, celobiohidrolasas, endoglucanasas y β -glucosidasas, que se denominan también celobiasas, o bien mezclas de las mismas. Puesto que los diferentes tipos de celulasas se diferencian por sus actividades CMCasa y Avicelasa, pueden ajustarse las actividades deseadas mediante mezclas específicas de las celulasas.

Cuerpos oleaginosos

Como cuerpos oleaginosos entran en consideración, por ejemplo, alcoholes de Guerbet a base de alcoholes grasos con 6 hasta 18, de manera preferente 8 hasta 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos lineales con 6 a 22 átomos de carbono con alcoholes grasos lineales o ramificados con 6 a 22 átomos de carbono o bien ésteres de ácidos carboxílicos ramificados con 6 a 13 átomos de carbono con alcoholes grasos lineales o ramificados con 6 a 22 átomos de carbono, tales como, por ejemplo el miristato de miristilo, el palmitato de miristilo, el estearato de miristilo, el isoestearato de miristilo, el oleato de miristilo, el behenato de miristilo, el erucato de miristilo, el miristato de cetilo, el palmitato de cetilo, el estearato de cetilo, el isoestearato de cetilo, el oleato de cetilo, el behenato de cetilo, el erucato de cetilo, el miristato de estearilo, el palmitato de estearilo, el estearato de estearilo, el isoestearato de estearilo, el oleato de estearilo, el behenato de estearilo, el erucato de estearilo, el miristato de isoestearilo, el palmitato de isoestearilo, el estearato de isoestearilo, el isoestearato de isoestearilo, el oleato de isoestearilo, el behenato de isoestearilo, el oleato de isoestearilo, el miristato de oleilo, el palmitato de oleilo, el estearato de oleilo, el isoestearato de oleilo, el oleato de oleilo, el behenato de oleilo, el erucato de oleilo, el miristato de behenilo, el palmitato de behenilo, el estearato de behenilo, el isoestearato de behenilo, el oleato de behenilo, el behenato de behenilo, el erucato de behenilo, el miristato de erucilo, el palmitato de erucilo, el estearato de erucilo, el isoestearato de erucilo, el oleato de erucilo, el behenato de erucilo y el erucato de erucilo. Además, son adecuados ésteres de ácidos grasos lineales con 6 a 22 átomos de carbono con alcoholes ramificados, especialmente el 2-etilhexanol, ésteres de ácidos alquilhidroxicarboxílicos con 18 a 38 átomos de carbono con alcoholes grasos, lineales o ramificados, con 6 a 22 átomos de carbono, especialmente malato de dioctilo, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes polivalentes (tales como, por ejemplo, el propilenglicol, el dimerdil o el trimerdil) y/o alcoholes de Guerbet, triglicéridos a base de ácidos grasos con 6 a 10 átomos de carbono, mezclas líquidas de mono-/di-/triglicéridos a base de ácidos grasos con 6 hasta 18 átomos de carbono, ésteres de alcoholes grasos con 6 hasta 22 átomos de carbono y/o alcoholes de Guerbet con ácidos carboxílicos aromáticos, especialmente ácido benzoico, ésteres de ácidos dicarboxílicos con 2 hasta 12 átomos de carbono con alcoholes lineales o ramificados, con 1 hasta 22 átomos de carbono, o polioles con 2 hasta 10 átomos de carbono y 2 hasta 6 grupos hidroxilo, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexanos substituidos, carbonatos de alcoholes grasos con 6 hasta 22 átomos de carbono, lineales y ramificados, tal como, por ejemplo, el Dicaprylyl Carbonate (Cetiol® CC), carbonatos de Guerbet a base de alcoholes grasos con 6 a 18, de manera preferente con 8 a 10 átomos de carbono, ésteres del ácido benzoico con alcoholes, lineales y/o ramificados, con 6 hasta 22 átomos de carbono (por ejemplo Finsolv® TN), dialquiléteres lineales o ramificados, simétricos o asimétricos, con 6 hasta 22 átomos de carbono por grupo alquilo, tal como, por ejemplo, el Dicaprylyl Ether (Cetiol® OE), productos de apertura del anillo de ésteres epoxidados de ácidos grasos con polioles, aceites de silicona (ciclometicona, tipos de silicometicona y similares) y/o hidrocarburos alifáticos o bien nafténicos tales como, por ejemplo, escualano, escualeno o dialquilociclohexanos.

Productos activos biógenos

Se entenderán bajo productos activos biógenos, por ejemplo, el tocoferol, el acetato de tocoferol, el palmitato de tocoferol, el ácido ascórbico, los ácidos (desoxi)ribonucleicos y sus productos de fragmentación, el β -glucano, el retinol, el bisabolol, la alantoína, el fitantriol, en pantenol, los ácidos AHA, la dihidroxiacetona, la arbutina, el ácido ferúlico, el ácido cójico, el ácido cumarínico y el ácido ascórbico (vitamina C), los aminoácidos, las ceramidas, las pseudoceramidas, los aceites esenciales, los extractos vegetales, tales como, por ejemplo, el extracto de ciruela, el extracto de nuez de bamba y los complejos vitamínicos.

Antioxidantes

Los antioxidantes interrumpen la cadena de reacción fotoquímica, que se inicia cuando la irradiación UV penetra en la piel. Ejemplos típicos a este respecto son los aminoácidos (por ejemplo la glicina, la histidina, la tirosina, el triptofano) y sus derivados, los imidazoles (por ejemplo el ácido urocánico) y sus derivados, los péptidos tales como la D,L-carnosina, la D-carnosina, la L-carnosina y sus derivados (por ejemplo la anserina), los carotinoides, las carotinas (por ejemplo la α -carotina, la β -carotina, la lycopina) y sus derivados, el ácido clorógeno y sus derivados, el ácido lipónico y sus derivados (por ejemplo el ácido dihidrolipónico), la aurotioglucosa, el propiltiouracilo y otros tioles (por ejemplo la tiorredoxina, la glutatona, la cisteína, la cistina, la cistamina y sus ésteres de glicosilo, de N-acetilo, de metilo, de etilo, de propilo, de amilo, de butilo y de laurilo, de palmitoilo, de oleilo, de γ -linoleilo, de colesterilo y de glicerilo) así como sus sales, el tiodipropionato de dilaurilo, el tiodipropionato de diestearilo, el ácido tiodipropiónico y sus derivados, (ésteres, éteres, péptidos, lípidos, nucleótidos, nucleósidos y sales) así como compuestos de sulfoximina (por ejemplo la butioninsulfoximina, la homocisteinsulfoximina, la butioninsulfona, la penta-, la hexa-, la heptationinsulfoximinina) en dosificaciones compatibles muy bajas (por ejemplo pmol hasta μ mol/kg), además (metal)queladores (por ejemplo los ácidos α -hidroxigrasos, el ácido palmítico, el ácido fitínico, la lactoferrina), los α -hidroxiácidos (por ejemplo el ácido cítrico, el ácido láctico, el ácido málico), el ácido humínico, el ácido cólico, los extractos biliares, la bilirrubina, la biliverdina, el EDTA, el EGTA y sus derivados, los ácidos grasos insaturados y sus derivados (por ejemplo el ácido γ -linolénico, el ácido linoleico, el ácido oleico), el ácido fólico y sus derivados, la ubiquinona y el ubiquinol y sus derivados, la vitamina C y derivados, (por ejemplo el palmitato de ascorbilo, el fosfato de ascorbilo de Mg, el acetato de ascorbilo), los tocoferoles y derivados, (por ejemplo el acetato de vitamina E), la vitamina A y derivados (el palmitato de vitamina A), así como el benzoato de coniferilo de la resina benzoica, el ácido rutínico y sus derivados, la α -glicosilrutina, el ácido ferúlico, el furfurilidenglucitol, la carnosina, el butilhidroxitolueno, el butilhidroxianisol, el ácido de la resina de nordihidroguayacol, el ácido nordihidroguayarético, la trihidroxibutirofenona, el ácido úrico y sus derivados, la manosa y sus derivados, el superóxido-dismutasa, el cinc y sus derivados (por ejemplo el ZnO, el ZnSO₄), el selenio y sus derivados (por ejemplo la selenio-metionina), el estilbeno y sus derivados (por ejemplo el óxido de estilbeno, el óxido de trans-estilbeno) y los derivados adecuados según la invención (sales, ésteres, éteres, azúcares, nucleótidos, nucleósidos, péptidos y lípidos) de estos productos activos citados.

Filtros protectores contra la luz UV

Se entenderán por filtros protectores contra la luz UV, por ejemplo, sustancias orgánicas (filtros protectores contra la luz) que se presentan en forma líquida o en forma cristalina a la temperatura ambiente, que son capaces de absorber la radiación ultravioleta y de emitir de nuevo la energía absorbida en forma de irradiación con mayor longitud de onda, por ejemplo en forma de calor. Los filtros UVB pueden ser liposolubles o hidrosolubles. Como sustancias liposolubles pueden citarse, por ejemplo:

- el 3-bencilidenalcanfor o bien el 3-bencilidennoralcanfor y sus derivados, por ejemplo el 3-(4-metilbenciliden)alcanfor, descritos;
- los derivados del ácido 4-aminobenzoico, de manera preferente el 4-(dimetilamino)benzoato de 2-etilhexilo, el 4-(dimetilamino)benzoato de 2-octilo y el 4-(dimetilamino)benzoato de amilo;
- los ésteres del ácido cinámico, de manera preferente el 4-metoxicinamato de 2-etilhexilo, el 4-metoxicinamato de propilo, el 4-metoxicinamato de isoamilo, el 2-ciano-3,3-fenilcinamato de 2-etilhexilo (Octocrylene);
- los ésteres del ácido salicílico, de manera preferente el salicilato de 2-etilhexilo, el salicilato de 4-isopropilbencilo, el salicilato de homometilo;
- los derivados de la benzofenona, de manera preferente la 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, la 2-hidroxi-4-metoxi-4'-metilbenzofenona, la 2,2'-dihidroxi-4-metoxibenzofenona;
- los ésteres del ácido benzalmalónico, de manera preferente el 4-metoxibenzomalonato de di-2-etilhexilo;
- los derivados de triazina, tales como, por ejemplo, la 2,4,6-trianilino-(p-carbo-2'-etil-1'-hexiloxi)-1,3,5-triazina y la octil triazona o la dioctil butamido triazona (Uvasorb® HEB);

ES 2 295 274 T3

- las propano-1,3-dionas tales como, por ejemplo, la 1-(4-terc.-butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona;
- los derivados del cetotriciclo(5.2.1.0)decano.

Como sustancias hidrosolubles entran en consideración:

- el ácido 2-fenilbencimidazol-5-sulfónico y sus sales alcalinas, alcalinotérreas, de amonio, de alquilamonio, de alcanolamonio y de glucamonio;
- los derivados de ácidos sulfónicos de benzofenonas, de manera preferente el ácido 2-hidroxi-4-metoxiben-zofenona-5-sulfónico y sus sales;
- los derivados de ácidos sulfónicos del 3-bencilidenalcanfor tales como, por ejemplo, el ácido 4-(2-oxo-3-bornilidenmetil)bencenosulfónico y el ácido 2-metil-5-(2-oxo-3-borniliden)sulfónico y sus sales.

Como filtros contra los UV-A típicos entran en consideración derivados del benzoilmetano, tales como, por ejemplo, la 1-(4'-terc.-butilfenil)-3-(4'-metoxifenil)propano-1,3-diona, el 4-terc.-butil-4'-metoxidibenzoilmetano (Parsol® 1789) o la 1-fenil-3-(4'-isopropilfenil)-propano-1,3-diona así como compuestos de enamina. Los filtros para los UV-A y UV-B pueden emplearse también, evidentemente, en mezclas. Las combinaciones especialmente favorables están constituidas por los derivados del benzoilmetano, por ejemplo el 4-terc.-butil-4'-metoxidibenzoilmetano (Parsol® 1789) y el éster de 2-etil-hexilo del ácido 2-ciano-3,3-fenilcinámico (Octocrylene) en combinación con los ésteres del ácido cinámico, preferentemente con el éster de 2-etilhexilo del ácido 4-metoxicinámico y/o el éster de propilo del ácido 4-metoxicinámico y/o el éster de isoamilo del ácido 4-metoxicinámico. De manera ventajosa se combinarán tales combinaciones con filtros solubles en agua tales como, por ejemplo, el ácido 2-fenilbencimidazol-5-sulfónico y sus sales alcalinas, alcalinotérreas, de amonio, de alquilamonio, de alcanolamonio y de glucamonio.

Además de los productos solubles, citados, entran en consideración para esta finalidad también pigmentos protectores contra la luz, insolubles, en concreto óxidos metálicos finamente dispersados o bien sales. Ejemplos de óxidos metálicos adecuados son, de manera especial, el óxido de cinc y el dióxido de titanio y, además, el óxido de hierro, el óxido de circonio, el óxido de silicio, el óxido de manganeso, el óxido de aluminio y el óxido de cerio así como sus mezclas. A título de sales pueden emplearse los silicatos (talco), el sulfato de bario o el estearato de cinc. Los óxidos y las sales se emplean en forma de los pigmentos para las emulsiones para el cuidado de la piel y para la protección de la piel y en la cosmética decorativa. Las partículas deben presentar en este caso un diámetro medio menor que 100 nm, de manera preferente comprendido entre 5 y 50 nm y, especialmente, comprendido entre 15 y 30 nm. Éstas pueden presentar una forma esférica, sin embargo, pueden emplearse también aquellas partículas que tengan una forma elipsoide o que se diferencie de la configuración esférica de otro modo. Los pigmentos pueden estar también tratados superficialmente, es decir que pueden presentarse hidrofílicos o hidrofóbicos. Ejemplos típicos son los dióxidos de titanio recubiertos, tales como, por ejemplo, el dióxido de titanio T 805 (Degussa) o Eusolex® T2000 (Merck). Como agentes de revestimiento hidrófobos entran en consideración en este caso, ante todo, siliconas y, en este caso, en particular, trialcoxiotilsilanos o simeticona. En los agentes protectores contra el sol se emplearán, preferentemente, los denominados micropigmentos o nanopigmentos. Preferentemente se empleará el óxido de cinc micronizado.

Productos activos anticapa

Ejemplos típicos de los productos activos anticapa son el Pirocton, el Olamin (sal de monoetanolamina de la 1-hidroxi-4-metil-6-(2,4,4-trimetilpentil)-2-(1H)-piridona), el Baypival® (Climbazole), el Ketoconazol®, (la 4-acetil-1-{4-[2-(2,4-diclorofenil)r-2-(1H-imidazol-1-ilmetil)-1,3-dioxilano-4-ilmetoxifenil]piperazina, el Ketoconazol, el Elubiol, el disulfuro de selenio, el azufre coloidal, el monooleato de azufrepolietilenglicolsorbitán, el ricinolpolietoxilato de azufre, el destilado de alquitrán de azufre, el ácido salicílico (o bien en combinación con el hexaclorofeno), la sal de Na del sulfosuccinato de la monoetanolamida del ácido undecilénico, el Lamepon® UD (el condensado de proteína-ácido undecilénico), la piritona de cinc, la piritona de aluminio y la piritona de magnesio/dipiritona-sulfato de magnesio.

Esencias perfumantes y aromas

Como esencias perfumantes pueden citarse mezclas constituidas por productos odorizantes naturales y sintéticos. Los productos odorizantes naturales son extractos de flores (flor de Lis, lavanda, rosas, jazmín, neroli, Ylang-Ylang), tallos y hojas (geranio, Patchouli, Petitgrain), frutos (anís, cilantro, comino, enebro), cáscaras de frutos (bergamota, limón, naranja), raíces (Macis, Angélica, apio, cardamomo, Costus, Iris, Calmus), maderas (madera de pino, de sándalo, de Guajak, de cedro, de rosas), hierbas medicinales y gramíneas (estragón, Lemongras, salvia, Thymian), agujas y ramas (pinos, abetos, rodenos, carrasco), resinas y bálsamos (gálbano, Elemi, Benzoe, mirto, olíbano, Opooponax). Además entran en consideración materias primas animales tales como, por ejemplo, civeto y castoreum. Ejemplos típicos de compuestos odorizantes sintéticos son productos del tipo de los ésteres, éteres, aldehídos, cetonas, alcoholes e hidro-

carburos. Los compuestos odorizantes del tipo de los ésteres son, por ejemplo, el acetato de bencilo, el isobutirato de fenoxietilo, el acetato de p-terc.-butilciclohexilo, el acetato de linalilo, el acetato de dimetilbencilcarbinilo, el acetato de feniletilo, el benzoato de linalilo, el formiato de bencilo, el fenilglicinato de etilmetilo, el propionato de alilciclohexilo, el propionato de estiralilo y el salicilato de bencilo. A los éteres pertenecen, por ejemplo, el benciletiléter, a los aldehídos por ejemplo los alcanales lineales con 8 hasta 18 átomos de carbono, el citral, el citronelal, el citroneliloxiacetaldehído, el ciclamenaldehído, el hidroxicitronelal, el lilial y el bourgeonal, a las cetonas, por ejemplo, la jonona, la α -isometilionona y la metilcedrilcetona, a los alcoholes el anetol, el citronelol, el eugenol, el isoeugenol, el geraniol, el linalool, el alcohol feniletílico y el terpineol, a los hidrocarburos pertenecen, fundamentalmente, los terpenos y los bálsamos. Preferentemente se emplearán, sin embargo, mezclas de diversos productos odorizantes, que proporcionen, conjuntamente, una nota de olor correspondiente. También son adecuados los aceites etéricos de baja volatilidad, que se emplean la mayoría de las veces como componentes aromatizantes, a modo de esencias perfumantes, por ejemplo la esencia de salvia, la esencia de manzanilla, la esencia de clavel, la esencia de melisa, la esencia de hierbabuena, la esencia de hojas de canela, la esencia de pétalos de tilo, la esencia de bayas de enebro, la esencia de vetiver, la esencia de olíbano, la esencia de gálbano, la esencia de labolanum y la esencia de lavanda. Preferentemente se emplearán la esencia de bergamota, el dihidromircenol, el lilial, el liral, el citronelol, el alcohol feniletílico, el α -hexilcinamoaldehído, el geraniol, la bencilacetona, el ciclamenaldehído, el linalool, el Biosambrene Forte, el ambroxano, el indol, la hediona, el Sandelice, la esencia de limón, la esencia de mandarina, la esencia de naranja, el glicolato de alilamilo, el Cyclovertal, la esencia de lavanda, la esencia de salvia de moscatel, la β -damascona, la esencia de geranio Bourbon, el salicilato de ciclohexilo, el Vertofix Coeur, el Iso-E-Super, el Fixolide NP, el Evernil, el Iraldein gamma, el ácido fenilacético, el acetato de geraniol, el acetato de bencilo, el óxido de rosas, el Romillat, el Irotyl y el Floramat solos o en mezclas. Como aromas entran en consideración, por ejemplo, la esencia de menta piperita, la esencia de menta crespa, la esencia de anís, la esencia de anís estrellado, la esencia de comino, la esencia de eucalipto, la esencia de hinojo, la esencia de limón, la esencia de Wintergreen, la esencia de clavel, el mentol y similares.

25 *Colorantes y pigmentos colorantes*

Como colorantes pueden emplearse las sustancias, que son adecuadas y que han sido aceptadas para finalidades cosméticas, como las que se han reunido en la publicación "Kosmetische Färbemittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Verlag Chemie, Weinheim, 1984, página 81-106. Ejemplos son Kochenillerot A (C.I. 16255), Patentblau V (C.I.42051), Indigotin (C.I.73015), Chlorophyllin (C.I.75810), Chinolingelb (C.I.47005), dióxido de titanio (C.I.77891), Indanthrenblau RS (C.I. 69800) y Krapplack (C.I.58000). De igual modo puede estar contenido el luminol a título de colorante luminiscente. Estos colorantes se emplean, usualmente, en concentraciones comprendidas entre un 0,001 y un 0,1% en peso, referido al conjunto de la mezcla.

35 *Emulsionantes*

En algunos casos son insolubles en agua los productos activos que deben ser encapsulados. En este caso es recomendable añadir emulsionantes o bien dispersantes a las soluciones, pudiendo estar comprendida su cantidad empleada entre un 0,1 y un 5, de manera preferente comprendida entre un 0,5 y un 1% en peso, referido a las preparaciones acuosas. Como emulsionantes entran en consideración, por ejemplo, tensioactivos no ionógenos pertenecientes al menos a uno de los grupos siguientes:

- 45 ➤ los productos de adición de 2 hasta 30 moles de óxido de etileno y/o 0 hasta 5 moles de óxido de propileno sobre alcoholes grasos lineales con 8 hasta 22 átomos de carbono, sobre ácidos grasos con 12 hasta 22 átomos de carbono y sobre alquilfenoles con 8 hasta 15 átomos de carbono en el grupo alquilo así como alquilaminas con 8 a 22 átomos de carbono en el resto alquilo;
- 50 ➤ los alquil- y/o alqueniloliglicósidos con 8 a 22 átomos de carbono en el resto alqu(en)ilo y sus análogos etoxilados;
- los productos de adición de 1 hasta 15 moles de óxido de etileno sobre aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;
- 55 ➤ los productos de adición de 15 hasta 60 moles de óxido de etileno sobre aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;
- los ésteres parciales de glicerina y/o de sorbitán con ácidos grasos insaturados, lineales o saturados, ramificados, con 12 a 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 a 18 átomos de carbono así como sus aductos con 1 a 30 moles de óxido de etileno;
- 60 ➤ los ésteres parciales de poliglicerina (grado promedio de autocondensación 2 a 8), polietilenglicol (peso molecular 400 hasta 5.000), trimetilolpropano, pentaeritritol, alcoholes sacáricos (por ejemplo sorbita), alquilglucósidos (por ejemplo metilglucósido, butilglucósido, laurilglucósido) así como poliglucósidos (por ejemplo celulosa) con ácidos grasos saturados y/o insaturados, lineales o ramificados, con 12 a 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 a 18 átomos de carbono así como sus aductos con 1 a 30 moles de óxido de etileno;
- 65

ES 2 295 274 T3

- los ésteres mixtos formados por pentaeritrita, ácidos grasos, ácido cítrico y alcoholes grasos y/o los ésteres mixtos de los ácidos grasos con 6 hasta 22 átomos de carbono, de la metilglucosa y de los polioles, de manera preferente de la glicerina y de la poliglicerina,
- 5 ➤ los fosfatos de monoalquilo, de dialquilo y de trialquilo tales como los fosfatos de mono-, de di- y/o de tri-PEG- alquilo y sus sales;
- los alcoholes de lanolina;
- 10 ➤ los copolímeros de polisiloxano-polialquil-poliéter o bien derivados correspondientes;
- los copolímeros bloque, por ejemplo el dipolihidroxiestearato de polietilenglicol-30;
- los emulsionantes polímeros, por ejemplo del tipo pemuleno (TR-1, TR-2) de la firma Goodrich;
- 15 ➤ los polialquilenglicoles, así como
- el carbonato de glicerina.

20

Productos de adición de óxido de etileno

Los productos de adición de óxido de etileno y/o de óxido de propileno sobre los alcoholes grasos, los ácidos grasos, los alquilfenoles o sobre aceite de ricino, representan productos conocidos, que pueden ser obtenidos en el comercio. En este caso, se trata de mezclas de homólogos, cuyo grado medio de alcoxilación corresponde a la relación entre las cantidades de productos de óxido de etileno y/o de óxido de propileno y el sustrato, con los cuales se lleva a cabo la reacción de adición. Los monoésteres y diésteres de ácidos grasos con 12/18 átomos de carbono de productos de adición de óxido de etileno sobre glicerina son conocidos como agentes de reengrasado para preparaciones cosméticas.

30

Alquil- y/o alqueniloligoglicósidos

Se conocen por el estado de la técnica los alquil- y/o alqueniloligoglicósidos, su obtención y su empleo. Su obtención se verifica, especialmente, por reacción de glucosa o de oligosacáridos con alcoholes primarios con 8 hasta 18 átomos de carbono. En lo que se refiere al resto glicósido se cumple que son adecuados tanto los monoglicósidos, en los que un resto sacárico, cíclico, está enlazado, de forma glicosídica, sobre el alcohol graso, como también los glicósidos oligómeros con un grado de oligomerización de, preferentemente, hasta 8 aproximadamente. El grado de oligomerización es, en este caso, un valor medio estadístico, que está basado en una distribución usual de los homólogos para tales productos industriales.

40

Glicéridos parciales

Ejemplos típicos de glicéridos parciales adecuados son el monoglicérido del ácido hidroxiesteárico, el diglicérido del ácido hidroxiesteárico, el monoglicérido del ácido isoesteárico, el diglicérido del ácido isoesteárico, el monoglicérido del ácido oleico, el diglicérido del ácido oleico, el monoglicérido del ácido ricinoleico, el diglicérido del ácido ricinoleico, el monoglicérido del ácido linoleico, el diglicérido del ácido linoleico, el monoglicérido del ácido linolénico, el diglicérido del ácido linolénico, el monoglicérido del ácido erúcico, el diglicérido del ácido erúcico, el monoglicérido del ácido tartárico, el diglicérido del ácido tartárico, el monoglicérido del ácido cítrico, el diglicérido del ácido cítrico, el monoglicérido del ácido málico, el diglicérido del ácido málico así como sus mezclas industriales, que pueden contener todavía pequeñas cantidades, subordinadas, procedentes del procedimiento de obtención, de triglicérido. Igualmente son adecuados los productos de adición de 1 hasta 30, de manera preferente de 5 hasta 10 moles de óxido de etileno sobre los glicéridos parciales citados.

55

Ésteres de sorbitán

Como ésteres de sorbitán entran en consideración el monoisoestearato de sorbitán, el sesquiisoestearato de sorbitán, el diisoestearato de sorbitán, el triisoestearato de sorbitán, el monooleato de sorbitán, el sesquioleato de sorbitán, el dioleato de sorbitán, el trioleato de sorbitán, el monoerucato de sorbitán, el sesquierucato de sorbitán, el dierucato de sorbitán, el trierucato de sorbitán, el monoricinoleato de sorbitán, el sesquirricinoleato de sorbitán, el dirricinoleato de sorbitán, el trirricinoleato de sorbitán, el monohidroxiestearato de sorbitán, el sesquihidroxiestearato de sorbitán, el dihidroxiestearato de sorbitán, el trihidroxiestearato de sorbitán, el monotartrato de sorbitán, el sesquitartrato de sorbitán, el ditartrato de sorbitán, el tritartrato de sorbitán, el monocitrato de sorbitán, el sesquicitrato de sorbitán, el dicitrato de sorbitán, el tricitrato de sorbitán, el monomaleato de sorbitán, el sesquimaleato de sorbitán, el dimaleato

65

de sorbitán, el trimaleato de sorbitán, así como sus mezclas industriales. Igualmente son adecuados productos de adición de 1 hasta 30, de manera preferente de 5 hasta 10 moles de óxido de etileno sobre los ésteres de sorbitán citados.

Ésteres de poliglicerina

Ejemplos típicos de ésteres de poliglicerina adecuados son el 2-dipolihiidroxiestearato de poliglicerilo (Dehymuls® PGPH), el 3-diisoestearato de poliglicerina (Lameform® TGI), el 4-isoestearato de poliglicerilo (Isolan® GI 34), el 3-oleato de poliglicerilo, el 3-diisoestearato de diisoestearoilo poliglicerilo (Isolan® PDI), el diestearato de poliglicerilo-3 metilglucosa (Tego Care® 450), la 3-cera de abejas de poliglicerilo (Cera Bellina®), el 4-caprato de poliglicerilo (Polyglycerol Caprate T2010/90), el 3-cetiléter de poliglicerilo (Chimexane® NL), el 3-diestearato de poliglicerilo (Cremophor® GS 32) y el polirricinoleato de poliglicerilo (Admul® WOL 1403), el dimerato isoestearato de poliglicerilo así como sus mezclas. Ejemplos de otros ésteres de poliol adecuados son los mono-, di- y triésteres de trimetilolpropano o de pentaeritrita con ácido láurico, con ácidos grasos de coco, con ácidos grasos de sebo, con ácido palmítico, con ácido esteárico, con ácido oleico, con ácido behénico y similares, que se han hecho reaccionar, en caso dado, con 1 hasta 30 moles de óxido de etileno.

Emulsionantes aniónicos

Los emulsionantes aniónicos típicos son los ácidos grasos alifáticos con 12 hasta 22 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, el ácido palmítico, el ácido esteárico o el ácido behénico, así como los ácidos dicarboxílicos con 12 hasta 22 átomos de carbono, tales como, por ejemplo, el ácido azelaico o el ácido sebáico.

Emulsionantes anfóteros y catiónicos

De igual modo, pueden emplearse como emulsionantes tensioactivos zwitteriónicos. Como tensioactivos zwitteriónicos se designan aquellos compuestos tensioactivos que portan en la molécula, al menos, un grupo de amonio cuaternario y, al menos, un grupo carboxilato o un grupo sulfonato. Los tensioactivos zwitteriónicos especialmente adecuados son las denominadas betaínas tales como los glicinatos de N-alquil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo el glicinato de cocoalquildimetilamonio, los glicinatos de N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo el glicinato de cocoacilaminopropildimetilamonio, y las 2-alquil-3-carboximetil-3-hidroxiethylimidazolininas con, respectivamente, 8 hasta 18 átomos de carbono en los grupos alquilo o acilo así como el glicinato de cocoacilaminoethylhidroxietilcarboximetilo. Es especialmente preferente el derivado de amida de ácido graso conocido bajo la designación CTFA Cocamidopropyl Betaine. Del mismo modo, son emulsionantes adecuados los tensioactivos anfólicos. Se entenderán por tensioactivos anfólicos aquellos compuestos tensioactivos que contienen, además de un grupo alquilo o acilo con 8/18 átomos de carbono en la molécula, al menos, un grupo amino libre y, al menos, un grupo -COOH- o -SO₃H y que son capaces de formar una sal interna. Ejemplos de tensioactivos anfólicos adecuados son las N-alquilglicinas, los ácidos N-alquilpropiónicos, los ácidos N-alquilaminobutíricos, los ácidos N-alquiliminodipropiónicos, las N-hidroxiethyl-N-alquilamidopropilglicinas, las N-alquiltaurinas, las N-alquilsarcosinas, los ácidos 2-alquilaminopropiónicos y los ácidos alquilaminoacéticos con, respectivamente, aproximadamente 8 hasta 18 átomos de carbono en el grupo alquilo. Los tensioactivos anfólicos especialmente preferentes son el N-cocoalquilaminopropionato, el cocoacilaminoethylaminopropionato y la acilsarcosina con 12/18 átomos de carbono. Finalmente entran en consideración, también, a modo de emulsionantes tensioactivos catiónicos, siendo especialmente preferentes aquellos del tipo de los ésterquats, de manera preferente las sales metilcuaternizadas de los ésteres de la trietanolamina de los ácidos digrasos.

Productos auxiliares y aditivos

Los ejemplos típicos de los productos auxiliares y aditivos, que se incorporan en las macrocápsulas, son reguladores de la viscosidad y aditivos del pH. Para aumentar la viscosidad se emplearán, de manera preferente, aquellos productos, que muestren la propiedad de formar geles en solución acuosa a temperaturas situadas por encima de 40°C. Ejemplos típicos a este respecto son los heteropolisacáridos y las proteínas. Como heteropolisacáridos termogelificantes entran en consideración, de manera preferente, las agarosas, que pueden presentarse en forma de agar-agar, que se obtiene a partir de algas rojas, incluso junto con hasta un 30% en peso de agarpectinas no formadoras de gel. Los componentes principales de las agarosas son los polisacáridos lineales constituidos por la D-galactosa y por la 3,6-anhidro-L-galactosa, que están enlazadas, de manera alternativa, de una forma β -1,3-glicosídica y β -1,4-glicosídica. Los heteropolisacáridos tienen, de manera preferente, un peso molecular en el intervalo desde 110.000 hasta 160.000 y son incoloros e insípidos. Como alternativas entran en consideración las pectinas, los xantanos (incluso la goma xantano) así como sus mezclas. De igual modo, son preferentes aquellos tipos que formen geles todavía en solución acuosa al 1% en peso, que no fundan por debajo de 80°C y que se solidifiquen de nuevo ya por encima de 40°C. Entre el grupo de las proteínas termogelificantes pueden citarse, a título de ejemplo, los diversos tipos de gelatinas. Además pueden emplearse también los polioles, especialmente la glicerina, así como los polialquilenglicoles, de manera especial los polietilenglicoles con pesos moleculares en el intervalo comprendido entre 100 y 1.000. El ajuste del valor del pH

puede llevarse a cabo, por ejemplo, con ácidos orgánicos tales como el ácido acético o el ácido cítrico. La cantidad empleada de los productos auxiliares y aditivos puede encontrarse, con relación a las preparaciones acuosas, entre un 0,1 y un 2 y, de manera preferente, entre un 0,5 y un 1% en peso.

Aplicación industrial

Las nuevas macrocápsulas pueden contener los productos activos más diversos; de manera correspondiente es múltiple su campo de aplicación. Éstas son adecuadas, por lo tanto, a título de ejemplo para la fabricación de

- preparaciones cosméticas, especialmente aquellas para el cuidado de la piel y del cabello, tales como, por ejemplo, champúes capilares, lociones capilares, baños de espuma, baños para ducha, cremas, geles, lociones, soluciones alcohólicas y acuosas/alcohólicas, emulsiones, masas de ceras/grasa y/o preparados en forma de barra;
- preparaciones farmacéuticas;
- productos aditivos para los artículos comestibles;
- preparaciones para la alimentación de los animales;
- preparaciones para el acabado de fibras, de hilos y de productos textiles finales,

pudiendo encontrarse comprendida la cantidad empleada, respectivamente, entre un 0,1 y un 30, de manera preferente comprendida entre un 1 y un 15% en peso -referido a la preparación final-.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se goteó una solución acuosa, coloreada de azul, que contenía un 5% en peso de glicerina, un 0,5% en peso de alginato de sodio (Texamid® 558 P, Cognis) y un 0,5% en peso de un pigmento colorante soluble, azul, a pH = 5,4 en una instalación Mini-Droppo de la firma Rieter Automatik GmbH en un baño de coagulación acuoso constituido por una solución de cloruro de calcio al 1% en peso; el diámetro de las boquillas perforadas era de 0,8 mm. El baño de coagulación se hizo circular de manera continua a través de un canal con unas dimensiones de 63 x 50 x 186 mm. Inmediatamente después de la introducción de las gotas en el baño de coagulación se formó una membrana que rodeaba a las gotas. Las macrocápsulas de forma casi esférica, obtenidas este modo, se separaron por tamización a partir del baño de coagulación fluyente al cabo de un tiempo de residencia menor que 5 segundos. No se observó un pegado conjunto de las cápsulas. Se obtuvieron 2,6 kg de macrocápsulas durante un tiempo de goteo de 1 hora, el 95% de las cuales presentó un diámetro medio comprendido entre 1,2 y 1,6 mm. El baño de coagulación permaneció claro y no se coloreó, lo que indica que la oclusión del pigmento colorante fue cuantitativa.

Ejemplo 2

Se repitió el ejemplo 1, sin embargo el goteo se realizó a través de una boquilla perforada con un diámetro de 0,3 mm. El caudal fue de 1,1 kg/h. Se obtuvieron macrocápsulas de forma completamente esférica, el 99% de las cuales presentó un diámetro medio comprendido entre 0,5 y 0,7 mm.

Ejemplo 3

Se repitió el ejemplo 1 con una dispersión acuosa de color anaranjado, que contenía un 5% en peso de aceite mineral, un 0,5% en peso de alginato de sodio, un 1% en peso de Agar Agar y un 0,5% en peso de pigmento soluble que proporciona un color anaranjado. La dispersión, precalentada a 50°C, se goteó a su vez, a un pH = 5,3, en una solución acuosa de cloruro de calcio (diámetro de la boquilla 0,8 mm). El 98% de las macrocápsulas, obtenidas de este modo, mostró un diámetro medio comprendido entre 1,2 y 1,6 mm. El baño de coagulación permaneció incoloro; no se formó película de aceite.

Ejemplo 4

Se repitió el ejemplo 1 con una dispersión acuosa coloreada de azul claro, que contenía un 5% en peso de glicerina, un 0,5% en peso de alginato de sodio, un 1% en peso de Agar Agar, un 0,5% en peso de un pigmento azul claro, soluble, así como un 1% en peso de pigmento de mica insoluble. La dispersión, precalentada a 50°C, se goteó, a

ES 2 295 274 T3

pH = 5,3, a su vez en una solución acuosa de cloruro de calcio (diámetro de la boquilla 0,8 mm). El 98% de las macrocápsulas, obtenidas de este modo, presentó un diámetro medio comprendido entre 1,2 y 1,6 mm. El baño de coagulación permaneció incoloro; no se observó una obstrucción de las boquillas.

Ejemplo 5

Se repitió el ejemplo 1 con una dispersión acuosa que contenía un 5% en peso de glicerina, un 0,5% en peso de alginato de sodio, un 1% en peso de Agar Agar así como un 1% en peso de retinol. La solución, precalentada a 50°C, se goteó, a pH = 5,3, a su vez en una solución acuosa de cloruro de calcio (diámetro de la boquilla 0,8 mm). El 98% de las macrocápsulas, obtenidas de este modo, mostró un diámetro medio comprendido entre 1,2 y 1,6 mm.

Ejemplo 6

Se repitió el ejemplo 1 con una dispersión acuosa que contenía un 20% en peso de Capric Caprylic Triglycerides (Myritol[®] 312, Cognis), un 1% en peso de alginato de sodio y un 2% en peso de polietilenglicol (PM = 200). La dispersión, precalentada a 50°C, se goteó, a pH = 5,3, en una solución acuosa que contenía un 0,7% en peso de cloruro de calcio y un 0,3% en peso de quitosano (Hydagen[®] CMF, Cognis) (diámetro de la boquilla 0,8 mm). El 100% de las macrocápsulas, obtenidas de este modo, mostró un diámetro medio comprendido entre 1,2 a 1,6 mm. Se observó un revestimiento cuantitativo de las gotículas de aceite; el baño de coagulación permaneció claro. Las macrocápsulas elásticas, rellenas de aceite eran estables al almacenamiento en solución acuosa.

Ejemplo 7

Se repitió el ejemplo 1 con una dispersión acuosa, preparada a 50°C, que contenía un 30% en peso de alcohol laurílico, un 0,7% en peso de alginato de sodio, un 5% en peso de polietilenglicol (PM = 200) y un 0,25 % en peso de Cetareth-20. La dispersión, precalentada a 50°C, se goteó, a pH = 5,3, en una solución acuosa que contenía un 1,0% en peso de cloruro de calcio y un 5% en peso de polietilenglicol (PM = 200) (diámetro de la boquilla 0,8 mm). El 100% de las macrocápsulas, obtenidas de este modo, mostró un diámetro medio comprendido entre 1 y 2 mm. Las macrocápsulas separadas por filtración con un tamiz se lavaron con agua. Las macrocápsulas formaron macroesponjas que podían comprimirse y amasarse sin romperse de manera espontánea.

Las tablas siguientes contienen una serie de ejemplos de formulación.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 295 274 T3

TABLA 1

Ejemplos de preparaciones cosméticas (agua, agente para la conservación hasta el 100% en peso)

Composición (INCI)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Texapon® NSO Sodium Laureth Sulfate	-	-	-	-	-	-	38,0	38,0	25,0	-
Texapon® SB 3 Disodium Laureth Sulfosuccinate	-	-	-	-	-	-	-	-	10,0	-
Plantacare® 818 Coco Glucosides	-	-	-	-	-	-	7,0	7,0	6,0	-
Plantacare® PS 10 Sodium Laureth Sulfate (and) Coco Glucosides	-	-	-	-	-	-	-	-	-	16,0
Debyton® PK 45 Cocamidopropyl Betaine	-	-	-	-	-	-	-	-	10,0	-
Debyquart® A Cetrimonium Chloride	2,0	2,0	2,0	2,0	4,0	4,0	-	-	-	-
Debyquart L® 80 Dicoocylmethylethoxymonium Methosulfate (and) Propylene Glycol	1,2	1,2	1,2	1,2	0,6	0,6	-	-	-	-
Eumulgin® B2 Ceteareth-20	0,8	0,8	-	0,8	-	1,0	-	-	-	-
Eumulgin® VL 75 Lauryl Glucoside (and) Polyglyceryl-2 Polyhydroxystearate (and) Glycena	-	-	0,8	-	0,8	-	-	-	-	-
Lanette® O Cetearyl Alcohol	2,5	2,5	2,5	2,5	3,0	2,5	-	-	-	-
Cutina® GMS Glyceryl Stearate	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	-	-	-	-
Cetiol® HE PEG-7 Glyceryl Cocoate	1,0	-	-	-	-	-	-	-	1,0	-
Cetiol® PGL Hexyldecanol (and) Hexyldecyl Laurate	-	1,0	-	-	1,0	-	-	-	-	-
Cetiol® V Decyl Oleate	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-
Eutanol® G Octyldodecanol	-	-	1,0	-	-	1,0	-	-	-	-
Nutrilan® Keratin W Hydrolyzed Keratin	-	-	-	2,0	-	-	-	-	-	-
Lamesoft® LMG Glyceryl Laurate (and) Potassium Cocoyl Hydrolyzed Collagen	-	-	-	-	-	-	3,0	2,0	4,0	-
Euperlan® PK 3000 AM Glycol Distearate (and) Laureth-4 (and) Cocamidopropyl Betaine	-	-	-	-	-	-	-	3,0	5,0	5,0
Generol® 122 N Soja Sterol	-	-	-	-	1,0	1,0	-	-	-	-
Makrekapseln nach Beispiel 5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hydagen® CMF Chitosan	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Copherol® 1250 Tocopherol Acetate	-	-	0,1	0,1	-	-	-	-	-	-
Arlypon® F Laureth-2	-	-	-	-	-	-	3,0	3,0	1,0	-
Cloruro de sodio	-	-	-	-	-	-	-	1,5	-	1,5

(1-4) Enjuague capilar, (5-6) Cura capilar, (7-8) Baño para ducha, (9) Gel de ducha,
(10) Loción de lavado

ES 2 295 274 T3

TABLA 1 (continuación)

Composición (INCI)	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Texapon® NSO Sodium Laureth Sulfate	20,0	20,0	12,4	-	25,0	11,0	-	-	-	-
Texapon® K 14 S Sodium Myreth Sulfate	-	-	-	-	-	-	-	-	11,0	23,0
Texapon® SB 3 Disodium Laureth Sulfosuccinate	-	-	-	-	-	7,0	-	-	-	-
Plantacare® 818 Coco Glucosides	5,0	5,0	4,0	-	-	-	-	-	6,0	4,0
Plantacare® 2000 Decyl Glucoside	-	-	-	-	5,0	4,0	-	-	-	-
Plantacare® PS 10 Sodium Laureth Sulfate (and) Coco Glucosides	-	-	-	40,0	-	-	16,0	17,0	-	-
Dehyton® PK 45 Cocamidopropyl Betaine	20,0	20,0	-	-	8,0	-	-	-	-	7,0
Eumulgin® B1 Ceteareth-12	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-
Eumulgin® B2 Ceteareth-20	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-
Lameform® TGI Polyglyceryl-3 Isostearate	-	-	-	4,0	-	-	-	-	-	-
Dehymuls® PCPH Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	-	-	1,0	-	-	-	-	-	-	-
Monomuls® 90-L 12 Glyceryl Laurate	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0	1,0
Cetiol® HE PEG-7 Glyceryl Cocoate	-	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-
Eutanol® G Octyldodecanol	-	-	-	3,0	-	-	-	-	-	-
Nutrilan® Keratin W Hydrolyzed Keratin	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	2,0
Nutrilan® I Hydrolyzed Collagen	1,0	-	-	-	-	2,0	-	2,0	-	-
Lamesoft® LMG Glyceryl Laurate (and) Potassium Cocoyl Hydrolyzed Collagen	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0	-
Lamesoft® 156 Hydrogenated Tallow Glyceride (and) Potassium Cocoyl Hydrolyzed Collagen	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5,0
Gludin® WK Sodium Cocoyl Hydrolyzed Wheat Protein	1,0	1,5	4,0	1,0	3,0	1,0	2,0	2,0	2,0	-
Euperlan® PK 3000 AM Glycol Distearate (and) Laureth-4 (and) Cocamidopropyl Betaine	5,0	3,0	4,0	-	-	-	-	3,0	3,0	-
Arlypon® F Laureth-2	2,6	1,6	-	1,0	1,5	-	-	-	-	-
Macrocapsulas según el ejemplo 5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hydagen® CMF Chitosan	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Cloruro de sodio	-	-	-	-	-	1,6	2,0	2,2	-	3,0
Glicerina (al 86 % en peso)	-	5,0	-	-	-	-	-	1,0	3,0	-

(11-14) Baño para ducha “dos en uno” (“Two-in-One”), (15-20) Champú

ES 2 295 274 T3

TABLA 1 (continuación)

Composición (INCI)	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Texapon® NSO Sodium Laureth Sulfate	-	30,0	30,0	-	25,0	-	-	-	-	-
Plantacare® 818 Coco Glucosides	-	10,0	-	-	20,0	-	-	-	-	-
Plantacare® PS 10 Sodium Laureth Sulfate (and) Coco Glucosides	22,0	-	5,0	22,0	-	-	-	-	-	-
Dehyton® PK 45 Cocamidopropyl Betaine	15,0	10,0	15,0	15,0	20,0	-	-	-	-	-
Emulgade® SE Glycerol Stearate (and) Ceteareth 12/20 (and) Cetearyl Alcohol (and) Cetyl Palmitate	-	-	-	-	-	5,0	5,0	4,0	-	-
Eumulgin® B1 Ceteareth-12	-	-	-	-	-	-	-	1,0	-	-
Lameform® TGI Polyglyceryl-3 Isostearate	-	-	-	-	-	-	-	-	4,0	-
Dehymuls® PGPH Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,0
Monomuls® 90-O 18 Glycerol Oleate	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0	-
Cetiol® HE PEG-7 Glyceryl Cocoate	2,0	-	-	2,0	5,0	-	-	-	-	2,0
Cetiol® OE Dicaprylyl Ether	-	-	-	-	-	-	-	-	5,0	6,0
Cetiol® PGL Hexyldecanol (and) Hexyldecyl Laurate	-	-	-	-	-	-	-	3,0	10,0	9,0
Cetiol® SN Cetearyl Isononanoate	-	-	-	-	-	3,0	3,0	-	-	-
Cetiol® V Decyl Oleate	-	-	-	-	-	3,0	3,0	-	-	-
Myritol® 318 Coco Caprylate Caprate	-	-	-	-	-	-	-	3,0	5,0	5,0
Cera de abejas	-	-	-	-	-	-	-	-	7,0	5,0
Nutrilan® Elastin E20 Hydrolyzed Elastin	-	-	-	-	-	2,0	-	-	-	-
Nutrilan® I-50 Hydrolyzed Collagen	-	-	-	-	2,0	-	2,0	-	-	-
Gludín® AGP Hydrolyzed Wheat Gluten	0,5	0,5	0,5	-	-	-	-	0,5	-	-
Gludín® WK Sodium Cocoyl Hydrolyzed Wheat Protein	2,0	2,0	2,0	2,0	5,0	-	-	-	0,5	0,5
Euperlan® PK 3000 AM Glycol Distearate (and) Laureth-4 (and) Cocamidopropyl Betaine	5,0	-	-	5,0	-	-	-	-	-	-
Arlipon® F Laureth-2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Macrocapsulas según el ejemplo 5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hydagen® CMF Chitosan	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hidrato de heptasulfato de magnesio	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0	1,0
Glicerina (al 86 % en peso)	-	-	-	-	-	3,0	3,0	5,0	5,0	3,0

(21-25) Baño de espuma, (26) Crema suavizante, (27, 28) Emulsión humectante, (29, 30) Crema de noche

ES 2 295 274 T3

TABLA 1 (continuación)

Composición (INCI)	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Dehymuls® PGPH Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate	4,0	3,0	-	5,0	-	-	-	-	-	-
Lameform® TGI Polyglyceryl-3 Distearate	2,0	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-
Emulgade® PL 68/50 Cetearyl Glucoside (and) Cetearyl Alcohol	-	-	-	-	4,0	-	-	-	3,0	-
Eumulgin® B2 Cetcareth-20	-	-	-	-	-	-	-	2,0	-	-
Tegocare® PS Polyglyceryl-3 Methylglucose Distearate	-	-	3,0	-	-	-	4,0	-	-	-
Eumulgin® VL 75 Polyglyceryl-2 Dipolyhydroxystearate (and) Lauryl Glucoside (and) Glycerin	-	-	-	-	-	3,5	-	-	2,5	-
Cera de abejas	3,0	2,0	5,0	2,0	-	-	-	-	-	-
Cutina® GMS Glyceryl Stearate	-	-	-	-	-	2,0	4,0	-	-	4,0
Lanette® O Cetearyl Alcohol	-	-	2,0	-	2,0	4,0	2,0	4,0	4,0	1,0
Antaron® V 216 PVP / Hexadecene Copolymer	-	-	-	-	-	3,0	-	-	-	2,0
Myritol® 818 Cocoglycerides	5,0	-	10,0	-	8,0	6,0	6,0	-	5,0	5,0
Finsolv® TN C12/15 Alkyl Benzoate	-	6,0	-	2,0	-	-	3,0	-	-	2,0
Cetiol® J 600 Oleyl Erucate	7,0	4,0	3,0	5,0	4,0	3,0	3,0	-	5,0	4,0
Cetiol® OE Dicaprylyl Ether	3,0	-	6,0	8,0	6,0	5,0	4,0	3,0	4,0	6,0
Aceite mineral	-	4,0	-	4,0	-	2,0	-	1,0	-	-
Cetiol® PGL Hexadecanol (and) Hexyldecyl Laurate	-	7,0	3,0	7,0	4,0	-	-	-	1,0	-
Bisabolol	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Makrokapseln nach Beispiel 5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hydagen® CMF Chitosan	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Copherol® F 1300 Tocopherol / Tocopheryl Acetate	0,5	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0	1,0	2,0	0,5	2,0
Neo Heliopan® Hydro Sodium Phenylbenzimidazole Sulfonate	3,0	-	-	3,0	-	-	2,0	-	2,0	-
Neo Heliopan® 303 Octocrylene	-	5,0	-	-	-	4,0	5,0	-	-	10,0
Neo Heliopan® BB Benzophenone-3	1,5	-	-	2,0	1,5	-	-	-	2,0	-
Neo Heliopan® E 1000 Isoamyl p-Methoxycinnamate	5,0	-	4,0	-	2,0	2,0	4,0	10,0	-	-
Neo Heliopan® AV Octyl Methoxycinnamate	4,0	-	4,0	3,0	2,0	3,0	4,0	-	10,0	2,0
Uvinul® T 150 Octyl Triazone	2,0	4,0	3,0	1,0	1,0	1,0	4,0	3,0	3,0	3,0
Óxido de cinc	-	6,0	6,0	-	4,0	-	-	-	-	5,0
Dióxido de titanio	-	-	-	-	-	-	-	5,0	-	-
Glicerina (al 86 % en peso)	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0

(31) Crema protectora contra el sol W/O (agua-en-aceite), (32-34) Loción protectora contra el sol W/O (agua-en-aceite), (35, 38, 40) Loción protectora contra el sol O/W (aceite-en-agua), (36, 37, 39) Crema protectora contra el sol O/W (aceite-en-agua)

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención en continuo de macrocápsulas, constituidas por una membrana de recubrimiento y por un producto activo que debe ser ocluido en la misma, según el cual
 - (a1) se ejerce una vibración con ayuda de una membrana oscilante sobre una preparación acuosa que contiene, al menos, un compuesto polianiónico y, al menos, un producto activo y se gotea a través de, al menos, una boquilla y
 - (a2) se introducen las gotas, obtenidas de este modo, en un baño de coagulación, que contiene, al menos, un compuesto policatiónico,
 - o
 - (b1) se ejerce una vibración con ayuda de una membrana oscilante sobre una preparación acuosa que contiene, al menos, un compuesto policatiónico y, al menos, un producto activo y se gotea a través de, al menos, una boquilla y
 - (b2) se introducen las gotas, obtenidas de este modo, en un baño de coagulación, que contiene, al menos, un compuesto polianiónico.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la membrana vibra con una frecuencia comprendida entre 100 y 1.000 Hz.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y/o 2, **caracterizado** porque el goteo se lleva a cabo a través de una boquilla individual o a través de una placa de boquillas 10 hasta 500 orificios.
4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque se emplean boquillas individuales, que presentan una abertura con un diámetro en el intervalo comprendido entre 0,2 y 2 mm.
5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque se emplean boquillas para varios productos con un tubo central y con un tubo externo, dispuesto coaxialmente al anterior, que presentan aberturas con un diámetro en el intervalo comprendido entre 0,2 y 2 mm.
6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque se emplean placas de boquillas, que presentan aberturas con un diámetro en el intervalo comprendido entre 0,3 y 1 mm.
7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque como baño de coagulación se emplea un canal de flujo.
8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque las macrocápsulas se separan del baño de coagulación a través de tamices.
9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque se establece un caudal en el intervalo comprendido entre 1 y 3 kg/h - referido a la cantidad de las macrocápsulas formadas -.
10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque se emplean compuestos polianiónicos, que se eligen entre el grupo formado por el ácido algínico y/o sus sales, los derivados aniónicos del quitosano, los poli(met)acrilatos, los tensioactivos aniónicos y las sales aniónicas de bajo peso molecular.
11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque se emplean compuestos polianiónicos en forma de soluciones acuosas con una concentración comprendida entre un 0,5 y un 1,5% en peso.
12. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque se emplean compuestos policatiónicos, que se eligen entre el grupo formado por las sales metálicas polivalentes solubles en agua y los polímeros catiónicos.
13. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque se emplean compuestos policatiónicos en forma de soluciones acuosas con una concentración comprendida entre un 0,5 y un 1,5% en peso.
14. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque se emplean productos activos que se eligen del grupo formado por los productos oleoquímicos, los catalizadores, los tensioactivos, los enzimas, los cuerpos oleaginosos, los productos activos biógenos, los antioxidantes, los filtros protectores contra la luz UV, los productos activos contra la caspa, las esencias perfumantes y aromas, los colorantes o bien los pigmentos colorantes así como las emulsiones cosméticas o farmacéuticas.

ES 2 295 274 T3

15. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado** porque el producto activo se emplea en cantidades comprendidas entre un 0,5 y un 25% en peso - referido a las soluciones acuosas de los compuestos polianiónicos o bien policatiónicos.

5 16. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado** porque los compuestos polianiónicos o bien los compuestos policatiónicos y los productos activos se emplean junto con emulsionantes o bien dispersantes.

10 17. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 16, **caracterizado** porque los compuestos polianiónicos o bien los compuestos policatiónicos y los productos activos se emplean junto con reguladores de la viscosidad y/o con aditivos del pH.

15

20

25

30

35

40

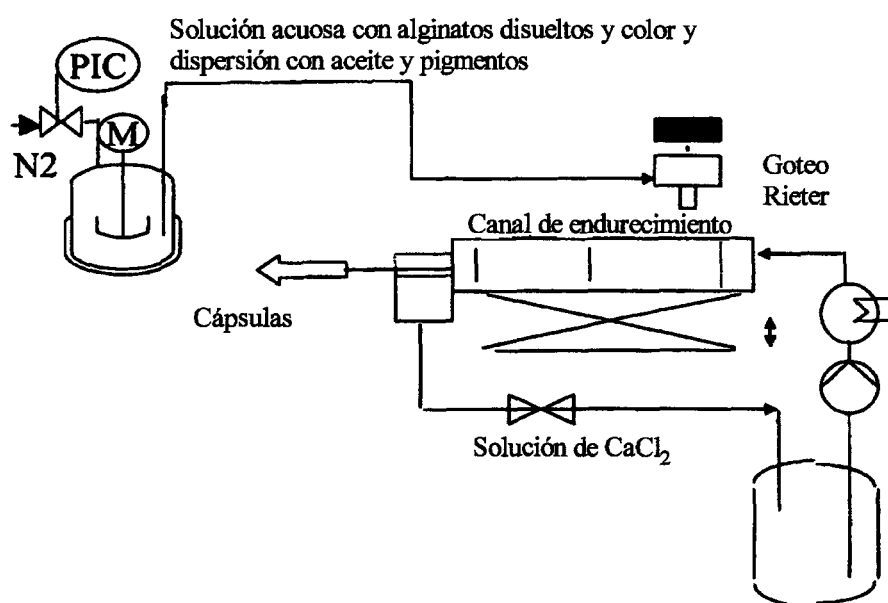
45

50

55

60

65



Encapsulación en continuo por goteo

Figura 1

Esquema de flujos - Encapsulación en continuo por goteo