



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 316 847**

⑤1 Int. Cl.:  
**B01J 13/10** (2006.01)  
**A23P 1/04** (2006.01)  
**A61K 8/11** (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑨6 Número de solicitud europea: **03787967 .3**  
⑨6 Fecha de presentación : **12.08.2003**  
⑨7 Número de publicación de la solicitud: **1531927**  
⑨7 Fecha de publicación de la solicitud: **25.05.2005**

⑤4 Título: **Procedimiento para la preparación de microcápsulas de aroma o fragancia.**

③0 Prioridad: **19.08.2002 US 224441**

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.04.2009**

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.04.2009**

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

⑦2 Inventor/es: **Subramaniam, Anandaraman y**  
**Reilly, Anne**

⑦4 Agente: **Carpintero López, Mario**

**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 preparación de microcápsulas de aroma o fragancia.

### 5 Campo técnico

La presente invención se refiere a la industria de perfumes y aromas. Se refiere más concretamente a un procedimiento de coacervación para la preparación de microcápsulas que encapsulan un ingrediente o composición hidrófoba de aroma o fragancia, estando caracterizado el procedimiento por el uso de un agente de endurecimiento novedoso y ventajoso que contiene un extracto vegetal rico en compuestos fenólicos.

### Antecedentes de la técnica

La encapsulación es un término de fácil uso en la industria de alimentos, aroma y fragancia. Los procedimientos usados para la encapsulación pueden incluir técnicas de deshidratación como secado por pulverización o secado en tambor, enfriamiento por pulverización, extrusión, recubrimiento mecánico o coacervación.

La coacervación, también denominada separación en fase acuosa, es una técnica muy bien establecida para encapsular líquidos hidrófobos. Un procedimiento de coacervación permite proporcionar cápsulas microscópicas que contienen aceite, siendo el material encapsulante un coloide hidrófilo gelificado que es impermeable al aceite y que se deposita de manera uniforme y densa con el aceite como núcleo. El material coloidal encapsulante es una proteína que se puede complejar con otro coloide que tenga una carga eléctrica opuesta.

El procedimiento de coacervación esencialmente implica una disolución acuosa de proteína que se manipula por alteración del entorno físico-químico (dilución y/o ajuste de pH) para dar como resultado la separación de fase de la proteína de la disolución en diferentes grados dependiendo del peso molecular de la proteína, su punto isoeléctrico y la compatibilidad con los disolventes.

Un procedimiento de coacervación puede ser "simple" o "complejo". Se emplea la primera designación cuando se usa una única proteína para formar una pared de cápsula a medida que tiene lugar la separación de fase. El último término designa el uso de un segundo polímero no proteínico de carga opuesta que realiza la separación de fase. El procedimiento de coacervación compleja se practica ampliamente en procedimientos comerciales y se ha descrito ampliamente en la bibliografía. En particular, los documentos US 2.800.457 y US 2.800.458 desvelan la coacervación compleja de forma muy detallada.

En general, un procedimiento de coacervación comprende cuatro etapas básicas que consisten respectivamente en emulsión, coacervación, formación de la pared y endurecimiento de la pared. Por tanto, una dispersión de gotitas de aceite en una disolución de al menos un material coloidal se somete a dilución o ajuste de pH para formar cápsulas que contienen gotitas de aceite (coacervación). A continuación el coloide se gelifica (formación de la pared) y finalmente se endurece e insolubiliza en agua hasta el punto en el que las cápsulas resultan muy resistentes al calor y la humedad. Más concretamente, la etapa de endurecimiento consiste en reticular el recubrimiento coloidal presente en las gotitas de aceite emulsionadas. El reticulado de una proteína, realizado con el fin de alterar su solubilidad acuosa, es crítico en la encapsulación que usa proteína y convencionalmente se realiza mediante el uso de un aldehído como formaldehído o glutaraldehído. Sin embargo, los últimos compuestos muestran el inconveniente de ser tóxicos, y no pueden usarse en la producción de microcápsulas para incorporar a alimentos. En particular, glutaraldehído que se describe como el más usado en los procedimientos de coacervación, es un producto químico peligroso de manipular, que además no se permite para aplicaciones fuera de los Estados Unidos.

Se han sugerido alternativas al uso de los aldehídos en la técnica anterior. Por ejemplo, el documento CA 1.322.133 describe el reticulado de gelatina mediante un compuesto iridioide. Por otra parte, J. Soper y col. en los documentos US 6.325.951 y US 6.039.901 sugieren un reticulado enzimático de partículas oleosas encapsuladas con proteína mediante coacervación compleja. Más concretamente, estas patentes describen un procedimiento para la preparación de un coacervado complejo de partículas de aceite, encapsulada cada una en una carcasa de proteína, estando estabilizada esta última mediante gelificación de la carcasa de proteína y posterior reticulado enzimático con ayuda de una transglutaminasa para proporcionar micropartículas termoestables. Sin embargo, esta solución enzimática es cara, difícil de controlar desde el punto de vista del procedimiento y requiere condiciones muy controladas para dar resultados consistentes.

Por tanto, encontrar una alternativa a los agentes de endurecimiento conocidos sigue constituyendo una necesidad real, en concreto para la industria de alimentos y aromas.

Ahora, la presente invención ofrece una solución novedosa para los problemas anteriormente mencionados proporcionando un procedimiento de coacervación que puede ser del tipo simple o complejo, y que usa como agente de endurecimiento, es decir como agente capaz de insolubilizar la pared de proteína, un extracto vegetal que tiene la particularidad de ser rico en compuestos fenólicos. Este agente reticulante novedoso demostró inesperadamente ser muy eficaz y fácil de manipular. Más aún, ventajosamente no está sometido a ningún tipo de restricción desde un punto de vista legal.

Se han descrito compuestos fenólicos en los documentos US 3.965.033 y US 3.803.045 como útiles en un procedimiento de coacervación. Sin embargo, en los procedimientos desvelados en dichos documentos, dichos compuestos se añaden en una etapa que precede la etapa de endurecimiento y el reticulado se realiza con agentes de endurecimiento convencionales tales como formaldehído, acetaldehído o glutaraldehído.

Por tanto, ningún documento de la técnica anterior ha descrito hasta la fecha un procedimiento de coacervación en el que se use un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos para endurecer una pared de proteína. El procedimiento de la presente invención proporciona así una solución novedosa y eficaz al problema de mejorar la etapa de reticulado en un procedimiento de coacervación, y facilita la preparación de microcápsulas que se pueden usar en particular en la industria de alimentos y aromas.

### Revelación de la invención

La invención se refiere a un procedimiento de coacervación mediante encapsulación, que comprende las cuatro etapas básicas de emulsión o dispersión de un material núcleo hidrófobo en una disolución de proteína, coacervación, formación de la pared enfriando el coacervado, endurecer y finalmente agitar. Este procedimiento se caracteriza por el hecho de que la etapa de endurecimiento se realiza mediante un extracto vegetal rico en compuestos fenólicos.

La invención se refiere también a las microcápsulas que se producen mediante este procedimiento. Estas microcápsulas tienen paredes gelificadas de proteína de elevado peso molecular que rodea al menos parcialmente núcleos de material hidrófobo, en el que las paredes gelificadas están reticuladas mediante un agente de endurecimiento que contiene al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos.

La invención se refiere también a un procedimiento para insolubilizar proteínas en agua añadiendo al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos a un coacervado basado en proteína, en el que el extracto está presente en una cantidad suficiente para endurecer al menos una porción de la proteína del coacervado para volverlo insoluble.

La invención se proporciona así por medio de un procedimiento para la preparación de microcápsulas que comprenden un núcleo de material hidrófobo, dicho procedimiento comprende las etapas de: a) emulsionar o dispersar un líquido hidrófobo, un sólido suspendido en un líquido hidrófobo o un sólido en una disolución de al menos una proteína de alto peso molecular; b) someter la emulsión o dispersión obtenida en la etapa a) a dilución con agua y/o ajuste de pH para conseguir la coacervación; c) enfriar el coacervado formado en la etapa b) para conseguir la formación de la pared de las microcápsulas; d) añadir a una temperatura de entre 15 y 30°C un agente de endurecimiento al coacervado para reticular la pared formada; y e) agitar la mezcla durante al menos 48 h para terminar la reacción de entrecruzado. Este procedimiento se caracteriza porque el agente de endurecimiento usado en la etapa d) contiene al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos.

Por “proteína de alto peso molecular” se designa una proteína con un peso molecular normalmente comprendido entre 40.000 y 100.000.

Los términos “material del núcleo” abarcan materiales líquidos hidrófobos que normalmente se someten a encapsulación por coacervación, así como sólidos o sólidos suspendidos en un líquido hidrófobo.

El extracto vegetal usado en el procedimiento de acuerdo con la invención constituye un agente novedoso para insolubilizar la pared de proteína de un núcleo de material hidrófobo encapsulado, preparado mediante coacervación. El reticulado de la proteína es crítico para la eficacia del núcleo encapsulado por proteína, en particular para su termoestabilidad. Si una pared de proteína no se reticula, el sistema de administración no funcionará según se desea. Ahora, el agente de endurecimiento nuevo usado de acuerdo con la invención, constituido al menos por un extracto vegetal caracterizado por el hecho que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos, demostró inesperadamente que reticula una pared de proteína formada tras gelificación. Los sistemas de administración proporcionados por el procedimiento descrito aquí resultaron mostrar una liberación lenta muy interesante del material del núcleo encapsulado allí, en comparación con el sistema tradicional de reticulado con glutaraldehído. Adicionalmente, las paredes reticuladas de las microcápsulas presentan una buena termoestabilidad. Por otra parte, el agente de endurecimiento novedoso proporcionado por la presente invención presenta la ventaja de no ser peligroso de manipular, de bajo coste, y no requiere condiciones rigurosamente controladas en el procedimiento. Otras ventajas de la invención aparecerán más adelante en la descripción, así como en los ejemplos siguientes.

Por “extracto vegetal”, se entiende aquí un extracto botánico, un extracto herbal o incluso un extracto de madera. Ejemplos no limitantes de extractos botánicos incluyen por ejemplo, extracto de corteza de roble, agua de aceituna, o incluso líquido de la cáscara de anacardo. El extracto de té es otro ejemplo de extracto vegetal adecuado para el objeto de la invención. Todos estos extractos comprenden una cierta cantidad de compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos, es decir fenoles, sus homólogos, o fenoles sustituidos tales como vainillina, quinonas o polifenoles, por ejemplo.

En una forma de realización particular de la invención, se usará como extracto vegetal adecuado para el reticulado de la pared de proteína un humo líquido, también denominado como ácido pirolignoso. Este material se extrae originalmente de la madera, preferiblemente madera de abedul. Se ha descrito por S. Arctander en Flavor and Fragrance

Chemicals, Montclair, Nueva Jersey, 1969, ref. N° 2780, como un ingrediente de aroma, útil en la aromatización de carnes, pescados y otras conservas, y en menor extensión en composiciones de aroma para imitación de caramelo, sirope de caramelo, ron, vainilla, etc. en la aromatización del tabaco. El extracto de ácido piroliginoso se menciona adicionalmente como usado en el aroma "a humo" en productos como carne y pescado. Este extracto comprende, concretamente, compuestos tales como guaiacol, 4-metil guaiacol, 4-etil guaiacol, 4-propil guaiacol, vainillina, 4-(2-propio) vanillona, 4-(1-propio)vanillona, acetovanillona, eugenol, E-isoeugenol, Z-isoeugenol, siringol, 4-metil siringol, 4-etil siringol, 4-propil siringol, siringaldehído, 4-(2-propio)-siringona, 4-(1-propio)-siringona, 4-(2-propenil) siringol, E-4-(1-propenil) siringol, Z-4-(1-propenil) siringol y acetosiringol.

En esta forma de realización particular de la invención, más exactamente, cuando se usa un aroma "a humo" como agente de endurecimiento en el procedimiento de coacervación, las propiedades organolépticas del núcleo hidrófobo encapsulado, en particular el aroma en el caso de un aceite aromático, ventajosamente no se alteran. En otras palabras, a pesar del hecho de que el ácido piroliginoso posee por sí mismo propiedades aromatizantes como se ha mencionado en los libros de texto<sup>9</sup> de referencia como el de S. Arctander, resulta que el aroma a humo no se percibe en el sistema de administración final reticulado con el ingrediente. Esta ventaja es bastante inesperada, dado que el humo líquido se describe como muy fuerte y difícil de enmascarar.

En otra forma de realización particular de la invención, el extracto vegetal usado para reticular la proteína puede usarse junto con ácido tánico.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, el agente de endurecimiento se usa en proporciones que varían entre 0,5 y 2,8% en peso relativo al peso de proteína usada en base seca.

El procedimiento de la invención se inicia con la emulsión o dispersión de un líquido hidrófobo, un sólido suspendido en un líquido hidrófobo o un sólido en una disolución de proteína.

Como se ha mencionado anteriormente, se puede realizar una coacervación compleja en el marco de la presente invención. El procedimiento anterior implica la adición de un no disolvente u otro producto químico que compite por la solubilidad con la proteína, dando como resultado una fase de coacervado rica en proteína. Por otra parte, el procedimiento de coacervación compleja emplea la adición de una segunda disolución polimérica de carga opuesta para neutralizar las cargas de las moléculas de proteína, dando como resultado un coacervado con un complejo polímero-polímero neutro. Esta mezcla se puede realizar formando una disolución acuosa de proteína, emulsionar el material del núcleo en la anterior, y mezclar la emulsión con una disolución acuosa de polímero aniónico, o ambas soluciones se pueden fabricar y mezclar, y emulsionar el material del núcleo en la anterior. Se puede usar cualquier polímero aniónico que reaccione con la proteína para formar coacervados complejos. En particular, la goma arábiga, alginato de sodio, agar, carragenano, carboximetilcelulosa, poliácido de sodio o ácido polifosfórico son polímeros aniónicos adecuados para el objeto de la invención. Ambas técnicas son bien conocidas y ampliamente descritas en la técnica anterior, por ejemplo por John C. Soper en "Utilization of Coacervated Flavors", Proceedings of Flavor Symposium; American Society, Cap. 10, 1995.

La proteína es un elemento esencial del procedimiento de acuerdo con la invención, ya que experimentará gelificación con el fin de formar una pared alrededor de las gotitas de aceite, antes de endurecerse. El uso de proteínas en encapsulación es limitado pero versátil, principalmente debido a sus propiedades de gelificación y solubilidad. Estas propiedades se manipulan mediante cambios en la temperatura, pH, adición de una segunda disolución de electrolito, un segundo disolvente e incluso una disolución de sal ionizante.

El peso molecular de la proteína está comprendido típicamente en el orden de 40.000 a 100.000. En una forma de realización particular de la invención, la proteína usada en el procedimiento se elige entre el grupo constituido por gelatina y albúmina.

Preferiblemente, se usará gelatina. No hay limitación particular sobre la gelatina que se puede usar pero es preferible usar una gelatina que tenga buenas propiedades físico-químicas y químicas tipificadas por una buena capacidad de formar película, la naturaleza de un anfolito, la capacidad de control de la cantidad de cargas mediante el pH, y la incidencia del cambio desde disolución a gel a una temperatura crítica. Dicho concretamente, se puede usar cualquier gelatina que satisfaga la especificación para uso en la producción de microcápsulas. Más preferiblemente, se usa una gelatina que tiene un punto isoelectrónico de 3,5 a 10 y un poder gelificante de 225 a 325.

En una forma de realización de la invención, el material del núcleo que se va a encapsular es un ingrediente de perfume o aroma o una composición de perfume o aroma. Los términos "ingrediente o composición de perfume o aroma" tal como se usan en el presente documento se establecen para definir una variedad de materiales de aroma y fragancia de origen tanto natural como sintético. Se incluyen compuestos únicos o mezclas. Este procedimiento de la invención puede proporcionar en particular un sistema de administración de componentes hidrófobos volátiles o lábiles en forma líquida. Ejemplos específicos de dichos componentes pueden encontrarse en la bibliografía actual, por ejemplo, en Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 por M.B. Jacobs, editado por Van Nostrand; o Perfume and Flavor Chemicals por S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (EEUU). Estas sustancias son bien conocidas de las personas expertas en la técnica de perfumar y/o aromatizar y/u odorizar productos de consumo, es decir, impartir un olor y/o un aroma o gusto a un producto de consumo tradicionalmente perfumado o aromatizado, o modificar el olor y/o gusto del producto de consumo.

Los extractos naturales se pueden encapsular también en el sistema de la invención; éstos incluyen por ejemplo, extractos cítricos como aceites de limón, naranja, lima, pomelo o mandarina, o café, té, menta, cacao, vainilla o aceites esenciales de hierbas y especias, entre otras.

5 Las proporciones del ingrediente o composición hidrófoba están comprendidas entre 35 y 90% en peso relativo al peso de proteína usada.

El procedimiento de la invención también es adecuado para la encapsulación de otros materiales de núcleo distintos a ingredientes perfumantes o aromatizantes. Se puede usar por ejemplo para preparar sistemas de administración para  
10 ingredientes farmacéuticos y cosméticos.

En una segunda etapa del procedimiento de la invención, la emulsión o dispersión obtenida en la etapa a) se somete a dilución con agua y/o ajuste de pH para conseguir la coacervación. Las primeras dos etapas deber realizarse a una temperatura superior al punto de gel del material coloidal usado.

15 El coacervado formado se enfría adicionalmente hasta una temperatura a o por debajo del punto de gel de la proteína para conseguir la formación de la pared de las microcápsulas. Típicamente, la temperatura es entre 5 y 15°C dependiendo de la fuente de gelatina. La velocidad de enfriamiento está normalmente comprendida entre 0,25°/min y 1°/min. El extracto vegetal que constituye el agente de endurecimiento se añade entonces a una temperatura entre 15 y 30°C y a un pH preferiblemente entre 3,5 y 7, y finalmente se proporciona una agitación suave durante al menos 48 h. Los componentes del extracto vegetal reaccionan entonces con la pared de proteína y la vuelven insoluble en agua.

Otras características del procedimiento se especificarán en los ejemplos siguientes. Las variaciones del procedi-  
25 miento de coacervación anteriormente descrito aquí se pueden considerar en el ámbito de la invención. La descripción de las etapas básicas del procedimiento de la invención no deben por tanto interpretarse como limitantes de la invención, como una persona experta en la técnica sabe muy bien, se pueden usar formas alternativas o particulares de llevar a cabo el procedimiento que no alterarán el carácter de la invención, siempre que se use un agente de endurecimiento como se ha definido anteriormente. Por ejemplo, una etapa adicional de secar el coacervado por pulverización se puede  
30 usar para obtener un polvo seco y de flujo libre.

El sistema de administración que se obtiene mediante el procedimiento anteriormente descrito es también un rasgo de la presente invención. Reticular la proteína para alterar la solubilidad acuosa es crítico en la encapsulación que usa proteínas. Los productos obtenidos de acuerdo con la presente invención, debido al novedoso agente reticulante,  
35 muestran propiedades de liberación ventajosas en comparación con un coacervado clásico reticulado con glutaraldehído como se muestra en el ejemplo comparativo siguiente.

Las microcápsulas producidas mediante el procedimiento de la invención se pueden usar en muchos tipos de aplicaciones en el campo de aromas y fragancias. En particular, se pueden usar para aromatizar aplicaciones de productos cocidos al horno, tabaco, frituras y conservas (procesado térmico). Por otra parte, en el campo de la perfumería, se  
40 pueden usar para perfumar diferentes productos de consumo, como limpiadores domésticos, paños prehumedecidos y productos para el cuidado personal. Por tanto, las composiciones de perfumado o aromatizado que comprenden microcápsulas de acuerdo con la invención junto con otros ingredientes perfumantes o aromatizantes son también formas de realización de la presente invención.

45 Finalmente, otra forma de realización de la invención se refiere a otro procedimiento para insolubilizar proteínas en agua añadiendo un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos a un coacervado basado en proteína.

50

### Breve descripción de las figuras

La Figura 1 (Fig. 1) representa velocidades de dilatación con vapor de aceite de naranja no encapsulado y coacervado de aceite de naranja reticulado con una disolución acuosa de glutaraldehído al 0,14% en una concentración del  
55 50%.

La Figura 2 (Fig. 2) representa velocidades de dilatación con vapor de coacervado reticulado con humo líquido al 0,28% (Charsol® Supreme; origen: Red Arrow Company LLC, Wisconsin, EEUU).

60

### Formas de llevar a cabo la invención

La invención se describirá ahora de manera más detallada en los ejemplos siguientes, en los que las temperaturas se indican en grados Celsius y las abreviaturas tienen el significado habitual en la técnica.

65

## ES 2 316 847 T3

### Ejemplo 1

#### *Preparación de un sistema de administración de aceite de piel de naranja*

Se encapsuló por coacervación aceite de piel de naranja exprimida en frío de acuerdo con la fórmula siguiente:

| Ingredientes                                     | Gramos | % en seco |
|--------------------------------------------------|--------|-----------|
| Gelatina 275 Bloom Tipo A (disolución al 8,25 %) | 109    | 20,70     |
| Goma arábica (disolución al 3,85 %)              | 156    | 29,63     |
| Aceite de piel de naranja                        | 60     | 11,40     |
| Agua desmineralizada                             | 200    | 37,99     |
| Humo líquido <sup>1)</sup>                       | 1,47   | 0,28      |
| Total                                            |        | 100,00    |

<sup>1)</sup> Se usaron dos tipos de muestras a) Charsol® Supreme (base acuosa, 15-23 mg/ml de componentes de humo); b) Charoil® Hickory (base de aceite de soja, 7,3-8,1 mg/ml de compuestos de humo); origen Red Arrow Company LLC, Wisconsin, EEUU

#### *Procedimiento de preparación*

Las disoluciones de gelatina por una parte y de goma arábica en la otra se calentaron cada una en un baño de agua a 60°C. Tras disolución completa, las disoluciones se enfriaron a 50°C su se mezclaron entre sí con agitación usando agitación magnética. Se añadió el aceite de piel de naranja y la agitación continuó durante aproximadamente 1 min. Se añadió agua de dilución (45°C) y la agitación continuó. El contenido del recipiente se dejó enfriar hasta 15°C con agitación continua. Durante el periodo de enfriamiento, se controló el progreso de la coacervación y recubrimiento del particulado mediante microscopía. Al final, cuando ya no se puede observar más proteína coacervada libre, se añadió humo líquido y la mezcla se mantuvo con agitación durante 48 h (mínimo).

Las muestras se almacenaron a 40°C durante 24 h y posteriormente se examinaron al microscopio. Estas muestras se ensayaron para la integridad de las paredes calentando hasta 90°C durante 15 min y se examinaron al microscopio.

Se prepararon muestras adicionales usando Charsol® Supreme (base acuosa) al 0,7% y niveles del 14% en la formulación. Estas muestras se ensayaron de manera similar.

## ES 2 316 847 T3

Los resultados del ensayo se resumen en la Tabla 1.

TABLA 1

*Coacervado almacenado a 40° durante 24 h y calentado a 90° durante 15 min*

| Tipo de humo líquido | Nivel [%] | Observaciones                           |                                         |
|----------------------|-----------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
|                      |           | 90° C - 15 min                          | 40° C - 24 h                            |
| Charsol® Supreme     | 0,28      | Paredes intactas – partículas discretas | Paredes intactas – partículas discretas |
| Charsol® Supreme     | 0,14      | Paredes intactas – paredes fundidas     | Paredes intactas – paredes fundidas     |
| Charsol® Supreme     | 0,07      | Paredes intactas – partículas discretas | Paredes intactas – partículas discretas |
| Charoil® Hichory     | 0,28      | Paredes intactas – partículas discretas | Paredes intactas – partículas discretas |

### Ejemplo 2

*Destilación con arrastre de vapor de los sistemas de administración preparados de acuerdo con el Ejemplo 1 - Comparación entre humo líquido y glutaraldehído*

Se llevo a cabo la destilación con arrastre de vapor de la muestra preparada de acuerdo con el Ejemplo 1 que contenía Charsol® Supreme al 0,28%, para verificar la extensión del reticulado y la velocidad de liberación. El mismo experimento se realizó con un coacervado reticulado con glutaraldehído acuoso al 0,14% (disolución al 50% de concentración).

Las velocidades de destilación con arrastre de vapor para cada muestra se representan en la Fig. 1 y la Fig. 2. Se puede establecer que la velocidad de liberación procedente del coacervado reticulado con humo líquido acuoso al 0,28% (Charsol® Supreme) es, ventajosamente, solo un tercio de la muestra reticulada con glutaraldehído acuoso al 0,14% como se evidencia por las respectivas pendientes de las curvas de regresión.

# REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de microcápsulas que comprenden un núcleo de material hidrófobo, dicho procedimiento comprende las etapas de:
  - a) emulsionar o dispersar un líquido hidrófobo, un sólido suspendido en un líquido hidrófobo o un sólido en una disolución de al menos una proteína de alto peso molecular;
  - b) someter la emulsión o dispersión obtenida en la etapa a) a dilución con agua y/o ajuste de pH para lograr la coacervación;
  - c) enfriar el coacervado formado en la etapa b) para conseguir la formación de la pared de las microcápsulas;
  - d) añadir a una temperatura de entre 15 y 30°C un agente de endurecimiento al coacervado para reticular la pared formada; y
  - e) agitar la mezcla durante al menos 48 h para finalizar la reacción de reticulado;
- caracterizado** porque el agente de endurecimiento usado en la etapa d) contiene al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el agente de endurecimiento representa del 0,5 al 2,5% en peso relativo al peso de la proteína, en base seca.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el agente de endurecimiento contiene al menos un extracto vegetal seleccionado del grupo constituido por extractos botánicos, extractos herbales y extractos de madera.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado** porque el agente de endurecimiento contiene un extracto de té concentrado.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado** porque el agente de endurecimiento contiene ácido piroliginoso.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el núcleo de material hidrófobo es un ingrediente o composición perfumante o aromatizante.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la disolución de proteína comprende además un polímero aniónico.
8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado** porque el polímero aniónico se selecciona del grupo constituido por goma arábica, alginato de sodio, agar, carragenano, carboximetilcelulosa, poliácido de sodio o ácido polifosfórico.
9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque la proteína está constituida por gelatina.
10. Microcápsulas obtenida mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.
11. Microcápsulas que comprenden paredes gelificadas de una proteína de peso molecular alto que rodea al menos parcialmente núcleos de material hidrófobo, en las que las paredes gelificadas se reticulan mediante un agente de endurecimiento que contiene al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos.
12. Las microcápsulas de la reivindicación 11 **caracterizadas** porque la proteína es gelatina o albúmina y el extracto vegetal se selecciona del grupo constituido por extractos botánicos, extractos herbales y extractos de madera.
13. Un procedimiento para insolubilizar proteínas en agua, que comprende añadir al menos un extracto vegetal que comprende compuestos fenólicos sustituidos o no sustituidos a un coacervado basado en proteína para formar una mezcla en la que el extracto está presente en una cantidad suficiente para endurecer al menos una parte de la proteína del coacervado para volverla insoluble.
14. Un procedimiento para proporcionar, mejorar o modificar las propiedades organolépticas de una composición perfumante o aromatizante, que comprende añadir a la composición microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 10.

## ES 2 316 847 T3

15. Una composición perfumante o un artículo perfumado que comprende, junto con ingredientes perfumantes simultáneos, disolventes o adyuvantes de uso común en perfumería, las microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 10.

5 16. Un artículo perfumado de acuerdo con la reivindicación 15, en la forma de limpiador doméstico, paño prehumedecido o producto para el cuidado personal.

10 17. Una composición aromatizante o un producto aromatizado que comprende, junto con ingredientes perfumantes simultáneos, disolventes o adyuvantes de uso común en perfumería, las microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 10.

18. Un producto aromatizado de acuerdo con la reivindicación 17, en forma de producto cocido al horno, tabaco, fritura o conserva.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

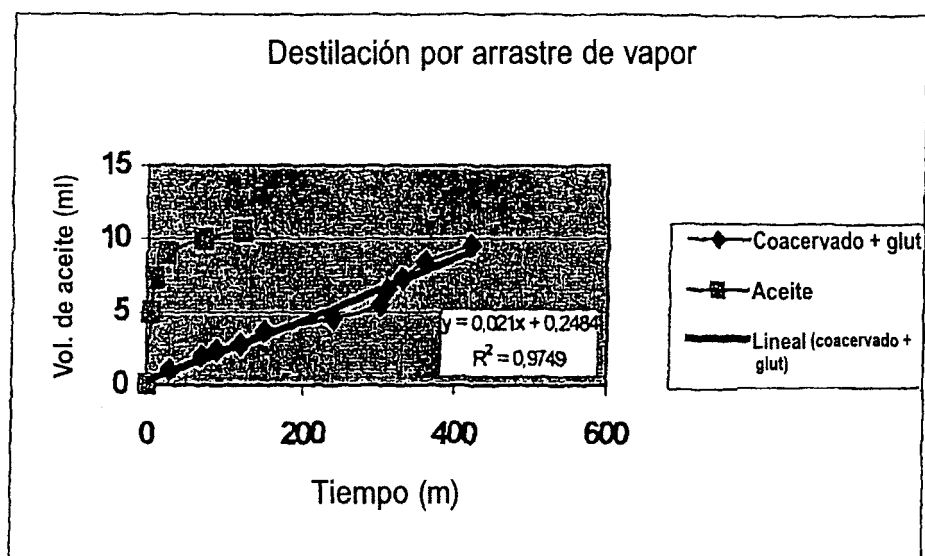


Fig.1

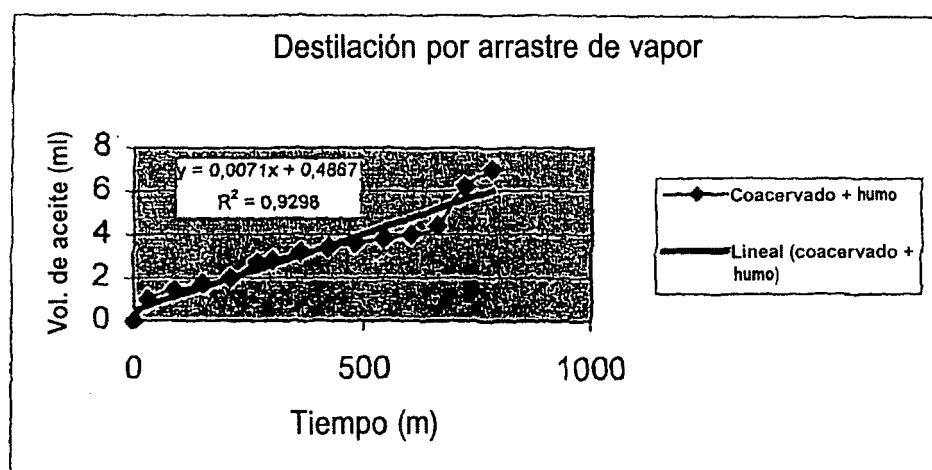


Fig.2