


Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

PETITORIO

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-135607-00000-0000

 Fecha: 2007-12-21 16:40:01 Dep: 2020 NULCREACION
 Tipo: 01 PATENTE DE Invención FASE NACIONAL
 Act: 411 PRESENTACION Folio: 04

**FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL**
SOLICITUD DE:

1

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☒ Capítulo I.

☐ Capítulo II.

2

**SOLICITANTE
(71)**

 Nombre: **V. MANE FILS**
 sociedad constituida y existente bajo las
 leyes de Francia.

 Dirección: 620, route de Grasse,
 06620 Bar Sur Loup,
 Francia

 Domicilio: Bar Sur Loup,
 Francia

IDENTIFICACIÓN

 C.C. ☐ NIT ☐

 C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

Número _____

3

**REPRESENTANTE
O APODERADO**

 Nombre: **EMILIO FERRERO**
 Dirección: Carrera 4ª. No. 72-35
 Teléfono: 347 36 11
 Fax: 211 86 50
 E-mail: clientes@cavelier.com
 Domicilio: Bogotá, Colombia.

IDENTIFICACIÓN

 C.C. ☒ NIT ☐

 C.E. ☐ Otro ☐

Cual _____

 Número 438.019 T.P 31.929

4

**INVENTOR (ES)
(72)**

 1. **Jean-Michel HANNETEL**
 6 rue Jeanne Jugan,
 06130 Grasse,
 Francia

 3. **Nathalie COURSIERES**
 580 Chemin de la Stèle,
 06530 ST Cezaire Sur Siagne,
 Francia

 2. **Didier HARTMANN**

 83 Avenue Maurice Chevalier,
 Résidence La Boissière Bât Bambou,
 06150 Cannes la Bocca,
 Francia

 4. **Jean MANE**

 Domaine Saint Mathieu,
 290 route de Saint Mathieu,
 06130 Grasse,
 Francia

5

PCT (86)

 Solicitud Internacional No. PCT/IB2006/002905

 Fecha: 21 de junio de 2006

 Publicación Internacional No. WO 2007/012981 A3

 Fecha: 1 de febrero de 2007

6

Título (54)
**CÁPSULA DE GELÁN ROMPIBLE SIN UNIÓN Y PROCESO
PARA SU FABRICACIÓN**

7

Clasificación Internacional (51) A61K 009/048

8

Prioridad

 SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen

 EP
 EP

(32) Fecha

21 de junio de 2005
5 de agosto de 2005

(31) Número de Solicitud

PCT/EP05/008502
PCT/EP05/009226

9

Comprobante de pago No.: 07-100,344
Fecha: 10 de diciembre de 2007

K
m

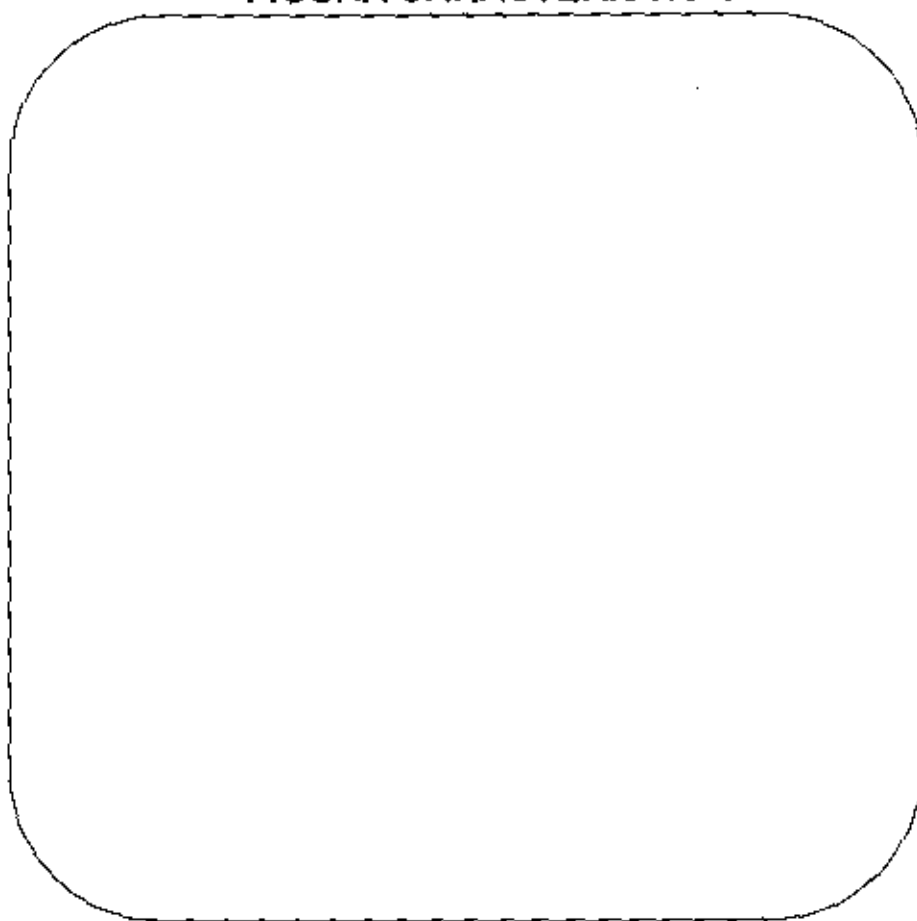
10

Anexos:

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 482.000.00.
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☒ Otros: VER HOJA DE DOCUMENTOS ANEXOS

11

FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE:

EMILIO FERRERO

FIRMA:

C.C. 438.019 de Usaquén T.P. 31.929

AHP

-13

DOCUMENTOS ANEXOS

1. ☒ Publicación Internacional WO 2007/012981 A3

Descripción:

Páginas 21 en el idioma original

Páginas 21 en español

Reivindicaciones: Número (s) 26

Figuras: Número (s)

2. ☒ Forma PCT/ISA/210, Informe de Búsqueda Internacional.

3. ☒ Extracto de publicación.

**NO SE REALIZARON MODIFICACIONES EN LA
FASE INTERNACIONAL**

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau(43) International Publication Date
1 February 2007 (01.02.2007)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2007/012981 A3

(51) International Patent Classification:

A61K 9/48 (2006.01) B01J 13/04 (2006.01)
A61K 8/11 (2006.01) A23L 1/00 (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/JP2005/09226

(22) International Filing Date: 21 June 2005 (21.06.2005)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:

PCT/JP05/0908502 21 June 2005 (21.06.2005) JP
PCT/JP05/090226 2 August 2005 (05.08.2005) JP(71) Applicant (for all designated States except US): V. MANE
FILS [FR/FR]; 620, route de Grasse, F-06620 Bar-sur-
Loup (FR).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): HARTMANN, Di-
dier [FR/FR]; 83, avenue Maurice Chevalier, Résidence
La Boissière, Bat. Bambou, F-06150 Cannes La Bocca
(FR). HANNETEL, Jean-Michel [FR/FR]; 6, rue Jeanne
Jugan, F-06130 Grasse (FR). COURSIERES, Nathalie
[FR/FR]; 580 chemin de la Seille, F-06530 St Cezaire sur
Siagne (FR). MANE, Jean [FR/FR]; Domaine Saint-Math-
ieu, 290, route de Saint-Mathieu, F-06130 Grasse (FR).(74) Agents: BURBAUD, Eric et al.; Cabinet Plasseraud, 52,
rue de la Victoire, F-75440 Paris Cedex 09 (FR).(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AI, AM,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP,
KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT,
LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NA,
NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,
UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SI, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LV, MC, NL, PL, PT,
RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declaration under Rule 4.17:

of inventorship (Rule 4.17(iv))

Published:

with international search report

(88) Date of publication of the international search report:

14 June 2007

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guid-
ance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the begin-
ning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: GEL-LIN SEAMLESS BREAKABLE CAPSULE AND PROCESS FOR MANUFACTURING THEREOF

(57) Abstract: The invention relates to a process for manufacturing a seamless breakable capsule, comprising: - co-extruding an
external and hydrophilic liquid phase, and an internal and lipophilic liquid phase, in order to form a capsule constituted of a core
comprising the internal and lipophilic phase, and a shell comprising the external and hydrophilic phase, - immersing into an aqueous
solution containing a gelling agent, wherein the external liquid phase includes a gelling agent comprising gellan gum alone or in
combination with another gelling agent, a filler, and a divalent metal sequestering agent, and to breakable capsules comprising a core
and a shell, wherein the shell includes a gelling agent comprising gellan gum alone or in combination with another gelling agent, a
filler, and a divalent metal sequestering agent.

GELLAN SEAMLESS BREAKABLE CAPSULE AND PROCESS FOR
MANUFACTURING THEREOF.

The present invention relates to a breakable
5 capsule having a fluid core and a solid or fluid breakable
shell.

In this invention, the term "capsule" means a
spherical or substantially spherical delivery system of a
substance, said substance being hereinafter referred to as
10 "the core", and said substance being encapsulated into a
shell, the shell being breakable and releasing the core
when broken or ruptured. The term fluid means flowing as
opposed to being in a solid state. According to the
invention, the term fluid includes finely divided solids,
15 such as a powder, and also gel, or any physical state of a
product wherein said product changes shape or direction
uniformly, in response to an external force imposed upon
it. According to the invention, fluid preferably refers to
a flowable or gellified product.

20

The term "breakable capsule" refers to a capsule
as hereabove defined, wherein the shell can be ruptured by
means of a pressure, which results in the release of the
core. According to an embodiment, the capsule of the
25 invention may be specifically designed to be incorporated
into a fluid medium such as for example a gel, a pasty or a
liquid medium containing water; in this embodiment, the
capsules may be suspended or mixed by any suitable means in
order to bring an visual effect of homogeneous dispersion
30 of the capsules in the medium; advantageously, the shell
and/or the core of the capsule is coloured. According to
another embodiment, the capsule of the invention is

dispersed into a solid or fluid medium, such as for example a powder; advantageously, the shell and/or the core of the capsule is coloured.

Such capsules are useful for numerous applications, such as in oral care application (toothpaste, mouthwash, gums...), in food applications such as confectionary, dairy, bakery, savory, in nutraceutical applications or in pharmaceutical or in personal care products such as cosmetic products and the like.

10 In the present patent application, the term "capsule" will be used to designate any size of capsules, including macrocapsules and microcapsules and preferably capsule which larger diameter is from 0.5 mm up to 8 mm, preferably 1 to 5 mm; more preferably 1.2 to 3 mm.

15 It is of particular interest to obtain seamless capsules, as the breakability of a welded capsule (also designated in the prior art as softgel or hard capsule) may be influenced by the easy or unwanted rupture of the weld.

Fuji patent application JP10291928 describes a capsule obtained through a co-extrusion process, wherein the external liquid phase comprises gellan and calcium salts. Gellan gum, first discovered in 1978, is produced by the microorganism *Sphingomonas elodea*.

25 The Applicant has found that the production of gellan capsule through the Fuji process was not satisfactory and resulted in poor quality capsules and in processing difficulties, because the gellan was actually gelling during the co-extrusion, and it was not possible to obtain spherical and homogeneous breakable capsules.

For this reason, the Applicant tried to improve the Fuji process and found that the drawbacks of the prior art process may be due to the presence of calcium salts, and more generally to divalent metal salts in gellan during the co-extrusion step. Thus, the Applicant carried out a process wherein the co-extrusion liquid phase containing gellan was performed in absence of calcium salts, and observed that, surprisingly, the resulting capsules had the required spherical or substantially spherical shape and homogeneous sizes. However, the capsules thus obtained could not be used as such, because the shell was too soft and the resulting capsules were not breakable capsules; the Applicant found a solution to this subsequent technical problem by contacting the capsules with divalent metal ions, preferably calcium or magnesium ions, or by using organic acid solution, once the co-extrusion process is finished, and this finally lead to satisfactory breakable capsules.

Thus, this invention relates to a process for manufacturing seamless breakable capsules and to new seamless breakable capsules.

The process of the invention comprises a step (A) of co-extrusion of an external and hydrophilic liquid phase and an internal and lipophilic liquid phase, in order to form a capsule having a core comprising the internal and lipophilic phase and a shell comprising the external and hydrophilic phase; and a step (B) of washing and immersing the capsules into an aqueous solution preferably containing a curing agent, the curing agent being one of the means for making the shell breakable as required for the intended use; optionally a step (C) of drying the obtained capsules

or optionally a step (D) of suspending the capsules into an fluid medium.

The co-extrusion process comprises three main stages: compound drop formation, shell solidification and capsule collection. The compound drop is a sphere of the liquid fill phase inside the shell phase. The liquid fill phase is hereinafter referred to as "the core". The shell phase is hereinafter referred to as "the shell".

According to the invention, the external liquid phase includes a gelling agent comprising gellan gum, alone or in combination with at least one suitable gelling agent, a filler, and a metal sequestering agent, the liquid preferably being aqueous, more preferably the liquid is water, preferably desionized or osmized water.

By "gelling agent" in the meaning of this invention, it is referred to an agent able to convert an aqueous phase from a flowable or fluid liquid to a solid or a gel.

By "sequestering agent" in the meaning of this invention it is referred to any agent complexing, chelating or sequestering bivalent ions such as calcium or magnesium ions.

The term "substantially", when referring to a number or value, means + or - 10 % of the value; when referring to a sphere, it means a distorted sphere which larger diameter is + or - 10 % of the diameter of the expected sphere.

The term "wet capsule" in the meaning of this invention, refers to a capsule which shell includes a positive amount of water. The term wet capsule is used for the calculation of percentages of ingredients in the final

product or shell, as opposed to the calculation based on the dry weight of said final product or shell.

The breakable capsule according to the invention preferably has a crush strength from 0.01 to 5 kp, preferably from 0.1 to 2.5 kp, edge values being included. The crush strength of the capsule is measured by continuously applying a load vertically onto one particle until rupture. The crush strength of the capsules in the present invention is measured by using a texturometer TA.XT plus from Micro Stable System in compression mode or a LLOYD - CHATILLON Digital Force Gauge, Model DFIS 50, having a capacity of 25Kg, a resolution of 0.02 Kg, and an accuracy of +/- 0,15 %. The force gauge is attached to a stand; the capsule is positioned in the middle of a plate that is moved up with a manual thread screw device. Pressure is then applied manually and the gauge records the maximum force applied at the very moment of the rupture of the capsule, (measured in Kg or in Lb). Rupture of the capsule results in the release of the core.

Gellan gum is a hydrocolloid which, according to the invention, can be used as the sole gelling agent of the external liquid phase, or in combination with at least one other gelling agent. Other suitable gelling agents may be alginates, agar, carragheenan, pectines, xanthan gum, Arabic gum, tara gum, ghatti gum, karaya gum, dextran, curdlan, welan gum, rhamsan gum or modified starches. Suitable gellan gums are for example, but not limited to deacylated gellan gum. Kelcogel® can be mentioned as a suitable gellan gum.

The amount of gelling agent present in the shell is 4 to 95%, preferably 5 to 75%, even more preferably is

10 to 50%, more preferably 12 to 40 % by weight of the total dry weight of the shell.

When used in combination with at least another gelling agent, the weight ratio between gellan gum and the
5 other gelling agent(s) is from 80/20 to 20/80, preferably 75/25 to 25/75, and even more preferably from 60/40 to 50/50.

Preferably, the weight ratio of gelling agent / dried shell is greater than 10%, preferably greater than
10 12, more preferably greater than 15%.

The filler is any suitable material that can increase the percentage of dry material in the external liquid phase or bring filming properties. Increasing the dry material amount in a shell results in solidifying the
15 shell, and in making it physically more resistant or impermeable. Preferably, the filler is selected from the group comprising starch derivatives such as dextrin, maltodextrin, polyol, cyclodextrin (alpha, beta or gamma), or cellulose derivatives such as
20 hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), hydroxypropylcellulose (HPC), methylcellulose (MC), carboxymethylcellulose (CMC), polyethylene glycol derivatives, polyvinyl alcohol, polyols or mixture thereof.

The amount of filler in the shell is at most
25 98.5%, preferably from 25 to 95% and even more preferably from 50 to 80% by weight on the total dry weight of the shell.

Using a divalent metal sequestering or complexing agent allows trapping the divalent metal ions which are
30 possibly present in the components of the liquid phase including water and which have a gelling effect on gellan. Thus, the use of a divalent metal sequestering agent,

preferably of a calcium ion sequestering agent, allows the gellan to be co-extruded without undesirable or uncontrollable gelling during the co-extrusion.

The amount of sequestering agent is at most 2%,
5 preferably at most 1% and even more preferably at most 0.5% by weight of the total dry weight of the shell.

Preferably, the water used for the external phase is deionized water and/or osmoted water; using processing water remains possible but needs adjusting the amount of
10 divalent metal sequestering agent.

The sequestering agent is a metal salt, preferably selected from the group comprising trisodium citrate, trisodium phosphate, tetrasodium pyrophosphate, sodium hexametaphosphate and mixtures thereof.

15 The hydrophilic external liquid phase may further comprise at least one plasticizer, which may be at least one of glycerol, sorbitol, maltitol, triacetine or polyethylene glycol type product, or a polyalcohol with plasticizing or humectant properties. Advantageously, the
20 hydrophilic external liquid phase further comprises at least one colouring agent or pigment; according to a first embodiment, the colouring agent or the pigment is in a form of a powder or a suspension stable in an aqueous medium. According to another embodiment of the invention, the
25 liquid phase may include perfumes, aromas, fragrances or any odoring agent.

According to one embodiment of the invention, the co-extrusion step (A) of the process can be performed at a temperature being from room temperature to 100°C.
30 Advantageously, it is performed at room temperature, which means between 18 and 30°C, preferably 20-25 °C under atmospheric pressure.

The co-extrusion step is a synchronous extrusion of two liquids: the external and hydrophilic liquid phase, and the internal and lipophilic liquid phase which can be performed using an apparatus and a process as described in
5 EP 513603, the disclosure of which is herein incorporated by reference.

According to an embodiment of the invention, after the co-extrusion step (A), the solidification step is performed by keeping cold the capsules in order to ensure
10 correct gelling of the shell, for example by contacting them with a cold bath. The cold bath may preferably be cold oil or cold emulsion. Cold means any temperature below 18°C, preferably the temperature is from 2 to 10 °C, more preferably 4 to 6 °C.

15 According to an embodiment of the invention, the capsules may then be centrifuged in order to remove the surplus oil, and/or washed with organic solvent (such as acetone, ethyl acetate, ethanol, petroleum ether, etc.) also to remove the surplus oil, and optionally dried in a
20 air flow at controlled temperature and humidity. The relative humidity of the drying air is 20% to 60%, preferably 30 to 50%; the temperature of the drying air is of 15 to 60 °C, preferably 35 to 45 °C.

According to another embodiment, the capsules
25 are preferably immersed into an aqueous solution or an emulsion containing a curing agent which comprises a divalent salt and optionally an acid. The effect of the immersion step is to wash out the oil remaining at the periphery of the capsule, and to gradually strengthen the
30 shell, notably through dehydration and osmotic equilibrium.

According to one embodiment of the invention, after immersion, the capsules are dried in the same

conditions as mentioned above. According to another embodiment of the invention, after immersion, the capsules are not dried.

5 The curing agent preferably comprises divalent metal ions, or a mixture of divalent metal ions, such as calcium ions or magnesium ions.

 The aqueous solution or emulsion containing the curing agent is preferably a divalent metal salt solution, preferably containing calcium or magnesium salts, more preferably, calcium dichloride, calcium carbonate, calcium sulfate or dicalcium phosphate. This solution may be the aqueous phase of an oil-in-water emulsion. This solution can be at a temperature comprised between 2°C and room temperature. Advantageously, the aqueous solution containing the curing agent is maintained under acid conditions of pH, and preferably at a pH less than 5, more preferably from 2 to 4. According to a preferred embodiment of the invention, the aqueous solution or emulsion containing a curing agent is a calcium chloride solution having a pH of 3 to 4.

 The aqueous solution containing the curing agent can also contain preservatives or bactericides such as benzoate, parabens, diols, cetylpyridinium chloride, diazolidinyl urea or any preservatives used for food, pharmaceutical or cosmetic products.

 According to one embodiment of the invention, the process comprises the steps of co-extruding the above mentioned external and internal liquid phases, optionally solidifying and/or gelling the surface of the shell by keeping the capsule under cold conditions, as explained herein above, optionally centrifugating, optionally washing

the so-obtained capsules with an organic solvent, immersing the resulting capsules into an aqueous solution containing a curing agent, and optionally drying the capsules.

According to one embodiment of the invention, the
5 solidifying/gelling/curing steps can be gathered into a single step, for example by dipping the capsules into a bath, under cold conditions, containing the divalent metal salts, preferably calcium or magnesium salts, more preferably, calcium dichloride, calcium sulfate or
10 dicalcium phosphate. This bath may be an oil-in-water emulsion.

The capsules manufactured through the process according to the invention are substantially or perfectly spherical and very homogeneous in size.

15 This invention also relates to breakable capsules which are preferably seamless capsules susceptible to be obtained through the process according to the invention.

The capsule of the invention comprises a core and a shell, and said shell includes a gelling agent comprising
20 gellan gum alone or in combination with another gelling agent, a filler, and a divalent metal sequestering agent.

Preferably the gelling agent of the shell is a combination of gellan and of at least one other gelling agent selected from the group consisting of gelatin and
25 hydrocolloids such as agar, carragheenan, pectins, xanthan gum, alginate, tara gum, arabic gum, ghatti gum, caroub gum, cellulose gum, dextran, curdlan, welan gum, rhamsan gum or modified starches.

According to a preferred embodiment of the
30 invention the filler and the sequestering agent, are as described hereinabove.

According to another embodiment, the shell further comprises a plasticizer as described hereinabove.

The amount of plasticizer ranges from 0.1% to 30% by weight, preferably from 2% to 15% by weight, and even
5 more preferably from 3 to 10% by weight of the total dry weight of the shell.

According to the intended use of said capsules, the shell may contain other additives such as perfumes, aromas, or any flavoring agent.

10 According to the intended use of said capsule, the shell may comprise coloring agent such as pigments, titanium dioxide, iron oxides, carbon black, or any type of food, oral care, cosmetic or pharmaceutical pigment such as Covasorb colors distributed by LCW.

15 The shell of a breakable capsule according to the invention represents by weight 8 to 50% of the total weight of said capsule, preferably 10 to 40%, more preferably 20 to 30%.

The amount of water present in the shell is of
20 1 to 60 %, preferably 5 to 40 % the capsule remaining breakable even at the higher percentages.

According to a preferred embodiment, the breakable capsule according to the invention has a crush strength of
25 from 0.01 to 5, preferably from 0.01 to 2.5 kp.

Advantageously, the shell thickness of the capsule is 10-500 microns, preferably 30-150 microns, more preferably 50-60 microns. The ratio diameter of the

16

capsule/thickness of the shell is in the range of 1 to 100, preferably 5 to 30.

The core of the capsule is preferentially composed of a mixture of materials or products which are lipophilic or partially soluble in ethanol, or of molecules formulated as oil/water/oil emulsions.

The core of a breakable capsule according to the invention represents by weight 50 to 92% of the total weight of said capsule, preferably 60 to 90%, more preferably 70 to 80%.

The core of the capsule may be composed of one or more lipophilic solvents conventionally used in the food, pharmaceutical or cosmetic industries. In a preferred embodiment, these lipophilic solvents may be triglycerides, especially medium chain triglycerides, and in particular triglycerides of caprylic and capric acid, or mixtures of triglycerides such as vegetable oil, hydrogenated oil, coconut oil, palm oil, olive oil, sunflower oil, corn oil, linseed oil, cottonseed oil, groundnut oil, grape seed oil, wheat germ oil, fish oil, beet fat, mineral oils and silicone oils. The amount of lipophilic solvent in the core of a capsule according to the invention is of the order of 0.01 to 90%, preferentially 25 to 75%, of the total weight of the capsule.

The core may also comprise one or more aromatic or fragrance molecules as conventionally used in the formulation of flavoring or fragrance compositions. Mention will in particular be made of aromatic, terpenic and/or sesquiterpenic hydrocarbons, and more particularly essential oils, alcohols, aldehydes, phenols, carboxylic acids in their various forms, aromatic acetals and ethers,

17

nitrogenous heterocycles, ketones, sulfides, disulfides and mercaptans which may be aromatic or non aromatic. It may also comprise one or more molecules or extracts for cosmetic use.

5 The core may also comprise one or more fillers as used in aromatic emulsions. Mention will be made of dammar gum, wood resins of the ester gum type, sucrose acetate isobutyrate (SAIB) or brominated vegetable oils. The function of these weighting agents is to adjust the
10 density of the liquid core.

 The core may also comprise one or more sweeteners, which may be provided in the form of a solution or suspension in ethanol. Examples of suitable sweeteners may be, but is not limited to, aspartame, saccharine, NHDC,
15 sucralose, acesulfame, neotame, thaumatin, steviosides, etc.

 The core may also comprise one or more "sensate" aromatic agents, which provide either a freshening effect or a hot effect in the mouth. Suitable freshening agents
20 may be, but are not limited to, menthyl succinate and derivatives thereof, in particular Physcool® marketed by the Applicant. A suitable hot effect agent may be, but is not limited to, vanillyl ethyl ether.

 The flavoring agents that can be solubilized in
25 the solvent of the core of the capsule include, but are not limited to, natural or synthetic aromas and/or fragrances. Examples of suitable fragrances are fruity, confectionery, floral, sweet, woody fragrances. Examples of suitable aromas are vanilla, coffee, chocolate, cinnamon, mint. The
30 core may also comprise a lipophilic color such as fake colors but also natural colors such as paprika oleoresin,

18
turmeric oleoresin, carotenes, chlorophyllin, or any other
suitable natural coloring product. The core may also
include lipophilic active agents, such as vitamins, more
preferably vitamin E; fatty acids, preferably omega 3 and
5 natural extracts of plants.

The capsules according to the invention can be
included in various products, such as food products, oral
care products, nutraceutical products, pharmaceutical
products, cleaning products and cosmetic products. The
10 invention thus relates to a food product including
breakable capsules according to the invention; an oral care
product including breakable capsules according to the
invention, preferably a toothpaste including breakable
capsules according to the invention; a pharmaceutical
15 product including breakable capsules according to the
invention; a fragrance including breakable capsules
according to the invention.

The capsules of the invention may be within a
slurry, in suspension in a gel, preferably carried out with
20 a gel forming agent such as xanthan gum, gellan gum, CMC or
Carbopol, araboxymethyl cellulose, or any polymer commonly
used as suspending agent and optionally comprising
preservatives and stabilizers.

The total weight of the capsule of the invention
25 depends on its diameter and on the amount of core filling
the shell. According to an embodiment of the invention, the
total weight of the capsule is within the range of 0.1 to
50 mg, preferably 0.2 to 20 mg, more preferably 0.5 to 10
mg.

The invention is hereunder illustrated by the following examples, which should not be considered as limiting the scope of the invention.

5 EXAMPLES

Example 1

Menthol Capsules (referred as 3039/A1) are prepared by co-
10 extruding an outer liquid phase and an internal liquid phase presenting the following compositions:

Outer liquid phase	%/total weight	% / dry matter	% wet capsule
Dry matter: 15,0%			
gellan	2.000%	13.33	1.482
Sorbitol	1.000%	6.67	0.741
Dextrin Cristal Tex 648	11.400%	76.00	8.445
Sodium citrate	0.200%	1.33	0.148
Citric acid	0.1%	0.67	0.074
unipure blue pigment CI77007	0.300%	2.00	0.222
Deionized water	85.000%		62.968
	100.000%	100	
Internal liquid phase	%	%	
Ethanol	5.0000%	5%	
Miglyol 812S	81.5000%	81.5%	22.245%
Menthol codex	13.5000%	13.5%	3.685%
	100.0000%	100.00%	100%

The obtained capsules are separated into two batches referred as Ala and Alb. Capsules from each batch are cooled at 4°C for 1h, washed with desionised water and then
5 immersed in a bath containing an aqueous solution of calcium chloride (0.1% for Ala and 1% for Alb) at pH=3.5 at T=20°C during 15 minutes.

Wet capsule crush strength (gel strength) is then measured for both capsules Ala and Alb using a texturometer
10 TA.XT plus from Micro Stable System to compare influence of concentration of calcium (the results are presented on Figure 1).

Wet capsule strength is higher using 1% CaCl₂ solution than using 0.1% CaCl₂ solution.

15 After drying, crush strength of the capsules is measured using a texturometer in compression mode.

	3039/Ala	3039/Alb
Crush strength (dry capsules)	184g	186.6g

The obtained capsules present the following physical
20 characteristics:

diameter: 2mm,
thickness of the shell: 0.096mm,
total weight: 4mg,
weight of the core: 2.8mg (70%),
25 weight of the shell: 1.2mg (30%).

Such capsules are then placed into a clear toothgel and bring nice visual effect of spherical blue capsules liberating menthol when broken.

Example 2

Cinnamon Capsules (referenced as 4053/F1) are prepared by co-extruding an outer liquid phase and an internal liquid phase presenting the following compositions:

5

Outer liquid phase Dry matter: 13.0%	%/total weight	% / dry matter
gellan	2.000%	15.38%
Sorbitol	1.900%	14.62%
Dextrin Cristal Tex 648	8.500%	65.38%
Sodium citrate	0.200%	1.54%
Calcium citrate	0.100%	0.77%
Titanium dioxide	0.300%	2.31%
Osmosed water	87.000%	100%
	100.000%	
Internal liquid phase	%/total weight	% without ethanol
Ethanol	5.0000%	
Miglyol 812S	58.9000%	85.79%
Cinnamon	19.6000%	14.21%
Physcool	10.0000%	10.53%
N-ethyl-p-menthane- 3-carboxamide commercially available as WS3	6.5000%	6.84%
Total	100.0000%	100.00%

The obtained capsules are cooled at 4°C for 1h, washed with deionised water and then immersed in a bath containing an aqueous solution containing 1.25% of calcium chloride at pH=3 at T=20°C during 30 minutes.

5

The obtained capsules present the following physical characteristics:

diameter: 1.2mm,
thickness of the shell : 0.053mm,
10 total weight : 0.87mg,
weight of the core: 0.62mg (71.98%),
weight of the shell : 0.24mg (28.02%),

15 Capsules are then incorporated into a toothpaste base containing mint flavour and cinnamon capsules 4053/F1 at a 0.2% use level. During brushing, cinnamon flavour is clearly identified showing good breakability of the capsules.

20 Example 3

Orange capsules (referred as 5053/C1) are prepared by coextruding an outer liquid phase and an internal liquid phase presenting the following compositions:

25

Outer liquid phase	%/total weight	% / wet capsule
Dry matter: 15.0%		
gellan	2.000%	0.95%
Sorbitol	1.000%	0.45%
Dextrin Cristal Tex	11.4%	5.36%

25
23

648		
Sodium citrate	0.200%	0.01%
water	84.5%	40%
	100.000%	
Internal liquid phase	%	%
Orange flavour	19.905%	5.47%
Coconut oil	80%	47.7%
Paprika color	0.095%	0.06%
Total	100,0000%	100,00%

Wet capsule crush strength (gel strength) is then measured using a texturometer TA.XT plus from Micro Stable System. Crush strength value obtained is 15g and these capsules are easily broken under the teeth.

The obtained capsules present the following physical characteristics:

Diameter :	2.5 mm
Thickness of the shell:	0.32 mm
10 Total weight:	8.2 mg

Capsules are then placed into a suspension of xanthan gum to be applied to beverage application. Capsules can be swallowed or broken under the teeth to liberate the flavour into the mouth.

Example 4

Menthol capsules (referred as 5025/B1) are prepared by coextruding an outer liquid phase and an internal liquid phase presenting the following composition:

	% dry capsule		% wet capsule untreated		% wet capsule treated with acid as calcium releasing agent	
Outer liquid phase	% shell	%/total weight	% shell	%/total weight	% shell	%/total weight
gellan	13.333%	3.6%	2%	1.423%	2%	1.423%
Sorbitol	6.667%	1.8%	1%	0.712%	1%	0.712%
Dextrin Cristal Tex 648	76%	20.52%	11.4%	8.111%	11.4%	8.111%
Sodium citrate	1.333%	0.360%	0.2%	0.142%	0.2%	0.142%
Citric acid	0.667%	0.180%	0.1%	0.071%	0.1%	0.071%
Unipure blue pigment CI77007	2%	0.54%	0.3%	0.213%	0.3%	0.213%
water	0%	0%	85%	60.480%	85%	60.480%
Internal liquid phase						
ethanol	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Miglyol 8128	47.368%	34.579%	47.368%	13.664%	47.368%	13.664%
Menthol codex	52.632%	38.421%	52.632%	15.183%	52.632%	15.183%
Total	100%	73%	100%	28.8%	100%	28.8%
Total		100%		100%		100%

26

CLAIMS

1. A seamless breakable capsule comprising a core and a shell, wherein the shell includes a gelling agent
5 comprising gellan gum alone or in combination with another gelling agent, a filler, and a divalent metal sequestering agent.

2. The seamless breakable capsule according to claim 1, wherein the gelling agent is a combination of
10 gellan and one gelling agent selected from the group consisting of gelatin, agar, carrageenan, pectins, xanthan gum, cellulose gum, alginate, dextran, curdlan, welan gum, rhamsan gum or modified starches.

3. The seamless breakable capsule according to claim
15 1 or 2, wherein the amount of gelling agent present in the shell is 4 to 95%, preferably 5 to 75%, even more preferably is 10 to 50% by weight of the total dry weight of the shell.

4. The seamless breakable capsule according to claim
20 3, wherein the gelling agent is gellan gum alone.

5. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 3, wherein, when used in combination with at least another gelling agent, the weight ratio between gellan gum and the other gelling agent(s) is from
25 80/20 to 20/80, preferably 75/25 to 25/75, and even more preferably from 60/40 to 50/50.

6. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 5, wherein the filler is a starch derivative such as dextrin, maltodextrin, cyclodextrin
30 and/or a cellulose derivative such as hydroxypropylmethylcellulose (HPMC), hydroxypropylcellulose

27
27

(HPC), methylcellulose (MC), polyvinyl alcohols, polyols or mixtures thereof.

7. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 6, wherein the amount of the filler in the
5 shell is at most 98.5%, preferably from 25 to 95% and even more preferably from 50 to 80% by weight on the total dry weight of the shell.

8. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 7, wherein the sequestering agent is
10 a metal salt, preferably selected from the group consisting of trisodium citrate, trisodium phosphate, tetrasodium pyrophosphate, sodium hexametaphosphate and mixtures thereof.

9. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 8, wherein the amount of sequestering
15 agent is at most 2%, preferably at most 1% and even more preferably at most 0.5% by weight of the total dry weight of the shell.

10. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 9, wherein the shell further
20 comprises an acid salt selected from the group comprising such as citrate, glucuronate, adipate, fumarate, gluconate and salt of glucono-delta-lactone, and mixtures thereof.

11. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 10, having an crush strength from
25 0.01 to 5 kp.

12. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 11, wherein the amount of plasticizer ranges from 0.1 to 30% by weight, preferably from 2% to 15%

by weight and even more preferably from 3 to 10% by weight of the total dry weight of the shell.

13. The seamless breakable capsule according to anyone of claims 1 to 12, having an crush strength from
5 0.01 to 5 kp.

14. A process for manufacturing a seamless breakable capsule, comprising

- co-extruding an external and hydrophilic liquid phase, and an internal and lipophilic liquid phase, in
10 order to form a capsule constituted of a core comprising the internal and lipophilic phase, and a shell comprising the external and hydrophilic phase,

- immersing into an aqueous solution containing a curing agent,

15 wherein the external liquid phase includes a gelling agent comprising gellan gum alone or in combination with another gelling agent, a filler, and a divalent metal sequestering agent.

15. The process for manufacturing a seamless
20 breakable capsule according to claim 14, comprising:

- co-extruding an external and hydrophilic liquid phase, and an internal and lipophilic liquid phase, in order to form a capsule constituted of a core comprising the internal and lipophilic phase and a shell comprising
25 the external and hydrophilic phase,

- optionally solidifying and/or gelling the surface of the shell by keeping the capsule under cold conditions,

- optionally washing the so-obtained capsule with
30 an organic solvent,

29
29

- immersing into an aqueous solution containing a curing agent.

- optionally drying the capsule.

5 16. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to claim 14 or 15, wherein the curing agent comprises divalent ions, preferably calcium ions.

10 17. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to anyone of claims 14 to 16, wherein the aqueous solution containing a curing agent is a calcium chloride solution, which pH is preferably of 3 to 4.

15 18. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to anyone of claims 14 to 17, wherein the gelling agent is a combination of gellan and at least one other gelling agent selected from the group consisting of gelatin and hydrocolloids such as agar, carragheenan, pectins, xanthan gum, cellulose gum, 20 alginate, dextran, curdlan, welan gum, rhamsan gum or modified starches, and mixtures thereof.

25 19. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to anyone of claims 14 to 18, wherein the filler is a starch derivative such as dextrin, maltodextrin, cyclodextrin, a cellulose derivative such as HPMC, HPC, MC and mixtures thereof.

30 20. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to anyone of claims 14 to 19, wherein the sequestering agent is a metal salt, preferably selected from the group comprising sodium carbonate, trisodium citrate, trisodium phosphate, tetrasodium

30
30

pyrophosphate, sodium hexametaphosphate and mixtures thereof.

21. The process for manufacturing a seamless breakable capsule according to anyone of claims 14 to 20, wherein the external hydrophilic liquid phase further comprises a plasticizer, preferably selected from the group consisting of glycerol, sorbitol, maltitol, triacetine or PEG type, or another polyol with plasticizing properties, and mixtures thereof.

22. Slurry containing breakable capsules according to anyone of claims 1 to 13, in suspension in a gel formed with a gel forming agent such CMC, xanthan gum, or Carbopol, and optionally comprising preservatives and stabilizers.

23. Food product including breakable capsules according to anyone of claims 1 to 13.

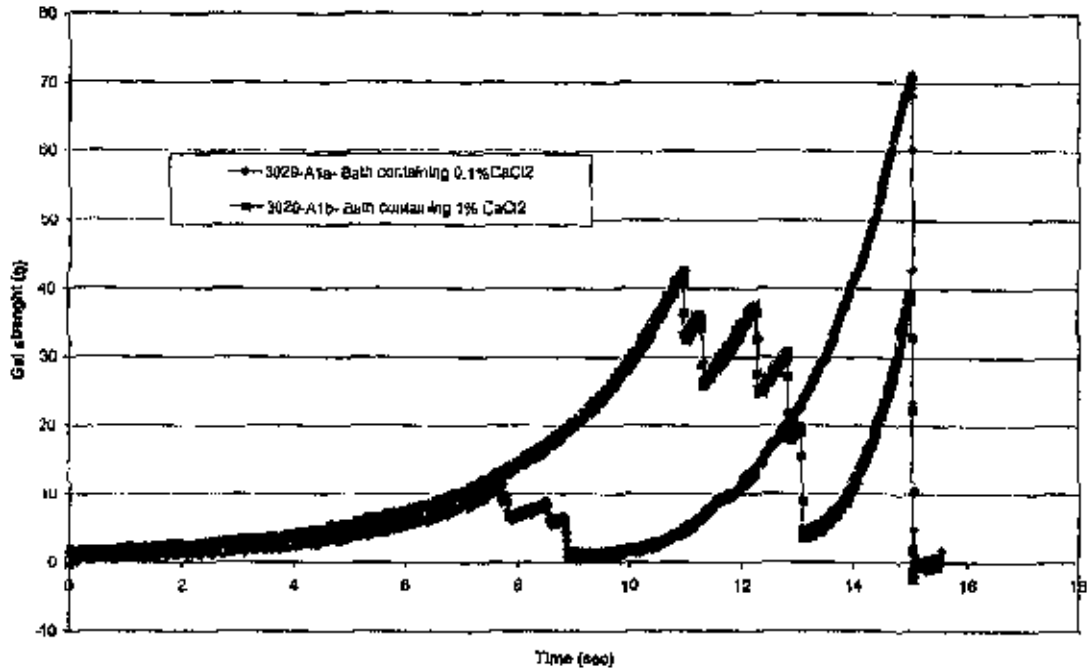
24. Oral care product including breakable capsules according to anyone of claims 1 to 13.

25. Pharmaceutical product including breakable capsules according to anyone of claims 1 to 13.

26. Fragrance including breakable capsules according to anyone of claims 1 to 13.

31

Fig 1



32

CÁPSULA DE GELÁN ROMPIBLE SIN UNIÓN Y PROCESO PARA SU FABRICACIÓN

La presente invención se refiere a una cápsula rompible que
5 tiene un núcleo fluido y una cubierta rompible sólida o fluida.

En esta invención, el término "cápsula" significa un sistema de
suministro esférico o sustancialmente esférico de una sustancia,
siendo esta sustancia posteriormente referida en la presente como
"el núcleo", y estando esta sustancia encapsulada en una cubierta,
10 pudiéndose romper la cubierta y liberarse del núcleo cuando se corta
o rompe. El término "fluido" significa que fluye, opuestamente a estar
en un estado sólido. De acuerdo con la invención, el término
"sólidos" finamente divididos, y también un gel, o cualquier estado
físico de un producto en donde este producto cambie de forma o de
dirección de una manera uniforme, en respuesta a una fuerza
externa impuesta sobre él. De conformidad con la invención, el fluido
de preferencia se refiere a un producto fluible o gelificado.

El término "cápsula rompible" se refiere a una cápsula como se
define anteriormente en la presente, en donde la cubierta se puede
romper por medio de una presión, que da como resultado la
15 liberación del núcleo. De acuerdo con una modalidad, la cápsula de
la invención se puede diseñar específicamente para incorporarse en
un medio fluido, tal como, por ejemplo, un gel, o un medio pastoso o
líquido que contenga agua; en esta modalidad, las cápsulas se
pueden suspender o mezclar por cualquier medio adecuado, con el
20 objeto de tener un efecto visual de la dispersión homogénea de las
cápsulas en el medio; de una manera conveniente, la cubierta y/o el
núcleo de la cápsula están coloreados. De conformidad con otra
modalidad, la cápsula de la invención se dispersa en un medio sólido
o fluido, tal como, por ejemplo, un polvo; convenientemente, la
25 cubierta y/o el núcleo de la cápsula están coloreados.

Estas cápsulas son útiles para numerosas aplicaciones, tales como en la aplicación del cuidado oral (pasta dental, enjuague bucal, encías...), en las aplicaciones alimenticias, tales como confitería, lechería, panadería, embutidos; en aplicaciones neutracéuticas, o en
5 productos farmacéuticos o para el cuidado personal, tales como productos cosméticos y similares.

En la presente solicitud de patente, el término "cápsula" se utilizará para designar cualquier tamaño de cápsulas, incluyendo macrocápsulas y microcápsulas, y de preferencia una cápsula cuyo
10 diámetro más grande sea de 0.5 milímetros a 8 milímetros, de preferencia de 1 a 5 milímetros; más preferiblemente de 1.2 a 3 milímetros.

Es de un interés particular obtener cápsulas sin unión, debido a que la posibilidad de rompimiento de una cápsula unida (también designada en la técnica anterior como una cápsula de gel blando o dura) puede ser influenciada por la ruptura fácil o indeseada de la unión.

La Solicitud de Patente Japonesa de Fuji Número JP10291928 describe una cápsula obtenida a través de un proceso de co-extrusión, en donde la fase líquida externa comprende gelán y sales
15 de calcio. La goma de gelán, primeramente descubierta en 1978, es producida por el microorganismo *Sphingomonas elodea*.

La solicitante ha encontrado que la producción de la cápsula de gelán a través del proceso de Fuji, no era satisfactoria, y daba como resultado cápsula de mala calidad y dificultades de procesamiento,
20 debido a que el gelán realmente se gelificaba durante la co-extrusión, y no era posible obtener cápsulas rompibles esféricas y homogéneas.

Por esta razón, la solicitante trató de mejorar el proceso de Fuji, y encontró que los inconvenientes del proceso de la técnica anterior se pueden deber a la presencia de las sales de calcio, y más
25

generalmente a las sales de metales divalentes en el gelán durante el paso de co-extrusión. Por consiguiente, la solicitante llevó a cabo un proceso en donde se llevó a cabo la co-extrusión de la fase líquida conteniendo gelán en ausencia de sales de calcio, y se observó que, de una manera sorprendente, las cápsulas resultantes tenían la forma esférica o sustancialmente esférica requerida, y tamaños homogéneos. Sin embargo, las cápsulas así obtenidas no se podían utilizar como tales, debido a que la cubierta era demasiado blanda, y las cápsulas resultantes no eran cápsulas rompibles; la solicitante encontró una solución a este problema técnico subsiguiente, poniendo en contacto las cápsulas con iones de metales divalentes, de preferencia iones de calcio o de magnesio, o utilizando una solución de ácido orgánico, una vez que se terminaba el proceso de co-extrusión, y esto finalmente condujo a cápsulas rompibles satisfactorias.

Por consiguiente, esta invención se refiere a un proceso para la fabricación de cápsulas rompibles sin unión, y a nuevas cápsulas rompibles sin unión.

El proceso de la invención comprende un paso (A) de la co-extrusión de una fase líquida externa e hidrofílica y una fase líquida interna y lipofílica, con el objeto de formar una cápsula con un núcleo que comprende la fase interna y lipofílica, y una cubierta que comprende la fase externa e hidrofílica; y un paso (B) de lavar y sumergir las cápsulas en una solución acuosa que contenga de preferencia un agente de curado, siendo el agente de curado uno de los medios para hacer que la cubierta sea rompible, como es requerido para el uso pretendido; opcionalmente un paso (C) de secar las cápsulas obtenidas, u opcionalmente un paso (D) de suspender las cápsulas en un medio fluido.

El proceso de co-extrusión comprende tres etapas principales: formación de gota del compuesto, solidificación de la

cubierta, y recolección de la cápsula. La gota del compuesto es una esfera de la fase de relleno líquido dentro de la fase de cubierta. La fase de relleno líquido es referida posteriormente en la presente como "el núcleo". La fase de cubierta es referida posteriormente en la presente como "la cubierta".

De conformidad con la invención, la fase líquida externa incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán, sola o en combinación con cuando menos un agente gelificante adecuado, un relleno, y un agente de secuestro de metal, siendo el líquido de preferencia acuoso, y más preferiblemente el líquido es agua, de preferencia agua desionizada u osmosizada.

"Agente gelificante", en el significado de esta invención, se refiere a un agente capaz de convertir una fase acuosa desde un líquido fluible o fluido, hasta un sólido o un gel.

"Agente de secuestro", en el significado de esta invención, se refiere a cualquier agente que forme complejo, haga quelación, o secuestre los iones bivalentes, tales como los iones de calcio o de magnesio.

El término "sustancialmente", cuando se refiere a un número o valor, significa ± 10 por ciento del valor; cuando se refiere a una esfera, significa una esfera distorsionada, cuyo diámetro más grande es de ± 10 por ciento del diámetro de la esfera esperada.

El término "cápsula húmeda", en el significado de esta invención, se refiere a una cápsula cuya cubierta incluye una cantidad positiva de agua. El término "cápsula húmeda" se utiliza para el cálculo de los porcentajes de los ingredientes en el producto o cubierta final, opuestamente al cálculo basado en el peso seco de este producto o cubierta final.

La cápsula rompible de acuerdo con la presente invención de preferencia tiene una resistencia al aplastamiento de 0.01 a 5 kp, de preferencia de 0.1 a 2.5 kp, incluyéndose los valores limitantes. La

resistencia al aplastamiento de la cápsula se mide aplicando continuamente una carga vertical sobre una partícula hasta que se rompe. La resistencia al aplastamiento de las cápsulas en la presente invención se mide utilizando un texturómetro TA.XT plus de
5 Micro Stable System en el modo de compresión, o un Medidor de Fuerza Digital LLOYD-CHATILLON, Modelo DFIS 50, que tiene una capacidad de 25 kilogramos, una resolución de 0.02 kilogramos, y una exactitud de ± 0.15 por ciento. El medidor de fuerza se une a un base; la cápsula se coloca a la mitad de una placa que se mueve
10 hacia arriba con un dispositivo de tornillo de rosca manual. Luego se aplica presión manualmente, y el medidor registra la máxima fuerza aplicada en el momento de la ruptura de la cápsula (medida en kilogramos o en libras). La ruptura de la cápsula da como resultado la liberación del núcleo.

La goma de gelán es un hidrocoloide que, de acuerdo con la invención, se puede utilizar como el único agente gelificante de la fase líquida externa, o bien en combinación con cuando menos otro agente gelificante. Otros agentes gelificantes adecuados pueden ser alginatos, ágar, carragenano, pectinas, goma de xantano, goma arábica, goma tara, goma ghatti, goma de karaya, dextrano, curulan,
15 goma welan, goma rhamsan, o almidones modificados. Las gomas de gelán adecuadas son, por ejemplo, pero no se limitan a, goma de gelán desacidada. Se puede mencionar Kelcogel® como una goma de gelán adecuada.

La cantidad de agente gelificante presente en la cubierta es del
20 4 al 95 por ciento, de preferencia del 5 al 95 por ciento, todavía más preferiblemente es del 10 al 50 por ciento, y de una manera muy preferible es del 12 al 40 por ciento en peso del peso seco total de la cubierta.

25 Cuando se utiliza en combinación con cuando menos otro agente gelificante, la proporción en peso entre la goma de gelán y

los otros agentes gelificantes es de 80/20 a 20/80, de preferencia de 75/25 a 25/75, y todavía muy preferiblemente de 60/40 a 50/50.

De una manera preferible, la proporción en peso del agente gelificante/cubierta seca es mayor del 10 por ciento, de preferencia mayor del 12 por ciento, y muy preferiblemente mayor del 12 por ciento.

El relleno es cualquier material adecuado que pueda aumentar el porcentaje del material seco en la fase líquida externa, o que pueda provocar propiedades de formación de película. El aumento de la cantidad de material seco en una película da como resultado la solidificación de la cubierta, y se hace físicamente más resistente o impermeable. De una manera preferible, el relleno se selecciona a partir del grupo que comprende derivados de almidón, tales como dextrina, maltodextrina, poliol, ciclodextrina (alfa, beta, o gamma), o derivados de celulosa, tales como hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC), hidroxipropilcelulosa (HPC), metilcelulosa (MC), carboximetilcelulosa (CMC), derivados de polietilenglicol, poliálcohol vinílico, polioles, o mezclas de los mismos.

La cantidad de relleno en la cubierta es cuando mucho el 98.5 por ciento, de preferencia del 25 al 95 por ciento, y todavía muy preferiblemente del 50 al 80 por ciento en peso, sobre el peso seco total de la cubierta.

La utilización de un agente de secuestro o de formación de complejo con metal divalente, permite atrapar los iones de metales divalentes que estén posiblemente presentes en los componentes de la fase líquida, incluyendo agua, y que tiene un efecto gelificante sobre el gelán. Por lo tanto, el uso de un agente secuestro de metal divalente, de preferencia de un agente de secuestro de ión de calcio, permite que se co-extruya el gelán sin una gelificación indeseable o incontrolable durante la co-extrusión.

La cantidad de agente de secuestro es cuando mucho del 2 por

ciento, de preferencia cuando mucho del 1 por ciento, y todavía muy preferiblemente cuando mucho del 0.5 por ciento en peso del peso seco total de la cubierta

De preferencia, el agua utilizada para la fase externa es agua desionizada y/o agua osmosizada; la utilización de agua de procesamiento sigue siendo posible, pero se necesita ajustar la cantidad de agente de secuestro de metal divalente.

El agente de secuestro es una sal de metal, de preferencia seleccionada a partir del grupo que comprende citrato de trisodio, fosfato de trisodio, pirofosfato de tetrasodio, hexametáfosfato de sodio, y mezclas de los mismos.

La fase líquida externa hidrofílica puede comprender además cuando menos un plastificante, el cual puede ser cuando menos uno de glicerol, sorbitol, maltitol, triacetina, o un producto del tipo de polietilenglicol, o un polí-alcohol con propiedades plastificantes o humectantes. De una manera conveniente, la fase líquida externa hidrofílica comprende además cuando menos un agente colorante o pigmento; de acuerdo con una primera modalidad, el agente colorante o el pigmento está en una forma de polvo o suspensión estable en un medio acuoso. De acuerdo con otra modalidad de la invención, la fase líquida puede incluir perfumes, aromas, fragancias, o cualquier agente odorizante.

De conformidad con una modalidad de la invención, el paso de co-extrusión (A) del proceso se puede llevar a cabo a una temperatura que es desde la temperatura ambiente hasta 100°C. Convenientemente, se lleva a cabo a temperatura ambiente, lo cual significa entre 18°C y 30°C, de preferencia de 20°C a 25°C, bajo presión atmosférica.

El paso de co-extrusión es una extrusión sincronizada de dos líquidos: la fase líquida externa e hidrofílica y la fase líquida interna y lipofílica; el cual se puede llevar a cabo utilizando un aparato y un

proceso como se describe en la Patente Europea Número EP 513603, cuya divulgación se incorpora a la presente como referencia.

De conformidad con una modalidad de la invención, después del paso de co-extrusión (A), se lleva a cabo el paso de solidificación, manteniendo frías las cápsulas, con el objeto de asegurar una gelificación correcta de la cubierta, por ejemplo, poniéndolas en contacto con un baño frío. El baño frío de preferencia puede ser un aceite frío o una emulsión fría. Frío significa cualquier temperatura debajo de 18°C, de preferencia la temperatura es de 2°C a 10°C, y muy preferiblemente de 4°C a 6°C.

De conformidad con una modalidad de la invención, las cápsulas se pueden centrifugar entonces con el objeto de remover el aceite excedente, y/o se lavan con solvente orgánico (tal como acetona, acetato de etilo, etanol, éter de petróleo, etc.), también para remover el aceite excedente, y opcionalmente se secan en un flujo de aire a temperatura y humedad controladas. La humedad relativa del aire de secado es del 20 por ciento al 60 por ciento, de preferencia del 30 al 50 por ciento; la temperatura del aire de secado es de 15°C a 60°C, de preferencia de 35°C a 45°C.

De acuerdo con otra modalidad, las cápsulas de preferencia se sumergen en una solución acuosa, o en una emulsión que contenga un agente de curado, el cual comprende una sal divalente y opcionalmente un ácido. El efecto del paso de inmersión es lavar el aceite restante en la periferia de la cápsula, y reforzar gradualmente la cubierta, notoriamente a través de la deshidratación y del equilibrio osmótico.

De conformidad con una modalidad de la invención, después de la inmersión, las cápsulas se secan en las mismas condiciones que se mencionan anteriormente. De acuerdo con otra modalidad de la invención, después de la inmersión, las cápsulas no se secan. El agente de curado de preferencia comprende iones de metales

divalentes, o una mezcla de iones de metales divalentes, tales como iones de calcio o iones de magnesio.

La solución o emulsión acuosa que contiene al agente de curado de preferencia es una solución de sal de metal divalente, que
5 contiene preferiblemente sales de calcio o de magnesio, más preferiblemente dicloruro de calcio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, o fosfato de dicalcio. Esta solución puede ser la fase acuosa de una emulsión de aceite en agua. Esta solución puede estar a una temperatura comprendida entre 2°C y la temperatura ambiente. De
10 una manera conveniente, la solución acuosa que contiene al agente de curado, se mantiene bajo condiciones de pH ácidas, y de preferencia a un pH menor de 5, más preferiblemente de 2 a 4. De conformidad con una modalidad preferida de la invención, la solución o emulsión acuosa que contiene un agente de curado, es una solución de cloruro de calcio que tiene un pH de 3 a 4.

La solución acuosa que contiene al agente de curado, también puede contener conservadores o bactericidas, tales como benzoatos, parabenos, dioles, cloruro de cetil-piridinio, diazolidinil-urea, o cualesquiera conservadores utilizados para productos alimenticios, farmacéuticos, o cosméticos.

15 De conformidad con una modalidad de la invención, el proceso comprende los pasos de co-extruir las fases líquidas externa e interna anteriormente mencionadas, opcionalmente solidificar y/o gelificar la superficie de la cubierta manteniendo la cápsula bajo condiciones frías, como se explica anteriormente, en la presente,
20 opcionalmente centrifugar, opcionalmente lavar las cápsulas así obtenidas con un solvente orgánico, sumergir las cápsulas resultantes en una solución acuosa que contenga un agente de curado, y opcionalmente secar las cápsulas.

25 De acuerdo con una modalidad de la invención, los pasos de solidificar/gelificar/curar se pueden juntar en un solo paso, por

A1

ejemplo sumergiendo las cápsulas en un baño, bajo condiciones frías, que contenga a las sales de metales divalentes, de preferencia las sales de calcio o de magnesio, más preferiblemente dicloruro de calcio, sulfato de calcio, o fosfato de dicalcio. Este baño puede ser
5 una emulsión de aceite en agua.

Las cápsulas fabricadas a través del proceso de acuerdo con la invención, son sustancialmente o perfectamente esféricas, y de un tamaño muy homogéneo.

Esta invención también se refiere a cápsulas rompibles que de preferencia son cápsulas sin unión susceptibles a obtenerse a través
10 del proceso de acuerdo con la invención.

La cápsula de la invención comprende un núcleo y una cubierta; y la cubierta incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de sequestro de metal divalente.

De preferencia, el agente gelificante de la cubierta es una combinación de gelán y de cuando menos otro agente gelificante seleccionado a partir del grupo que consiste en gelatina e hidrocoloides, tales ágar, carragenano, pectinas, goma de xantano, alginato, goma tara, goma arábiga, goma ghatti, goma caroub, goma
15 *de celulosa, goma de dextrano, curdlan, goma welan, goma rhamsan,* o almidones purificados.

De conformidad con una modalidad preferida de la invención, el relleno y el agente de sequestro son como se describen
anteriormente en la presente.

20 De acuerdo con otra modalidad, la cubierta comprende además un plastificante como se describe anteriormente en la presente.

La cantidad de plastificante está en el intervalo del 0.1 por ciento al 30 por ciento en peso, de preferencia del 2 por ciento al 15 por ciento en peso, y todavía muy preferiblemente el 3 al 10 por
25 ciento en peso, del peso seco total de la cubierta

De acuerdo con el pretendido de estas cápsulas, la cubierta puede contener otros aditivos, tales como perfumes, aromas, o cualquier agente saborizante.

De acuerdo con el uso pretendido de esta cápsula, la cubierta
5 puede comprender agentes colorantes, tales como pigmentos, dióxido de titanio, óxido de hierro, negro de humo, o cualquier tipo de pigmento alimenticio, para el cuidado oral, cosmético, o farmacéutico, tal como los colores Covasorb distribuidos por LCW.

La cubierta de una cápsula rompible de acuerdo con la
10 invención representa, en peso, del 8 al 50 por ciento del peso total de la cápsula, de preferencia del 10 al 40 por ciento, y muy preferiblemente del 20 al 30 por ciento.

La cantidad de agua presente en la cubierta es del 1 al 60 por ciento, de preferencia del 5 al 40 por ciento, permaneciendo la cápsula rompible, inclusive en los porcentajes más altos.

De conformidad con una modalidad preferida, la cápsula rompible de acuerdo con la invención tiene una resistencia al aplastamiento de 0.01 a 5, de preferencia de 0.01 a 2.5 kp.

De una manera conveniente, el espesor de la cubierta de la cápsula es de 10 a 500 micras, de preferencia de 30 a 150 micras,
15 más preferiblemente de 50 a 60 micras. La proporción del diámetro de la cápsula/espesor de la cubierta está en el intervalo de 1 a 100, de preferencia de 5 a 30.

El núcleo de la cápsula de preferencia se compone de una mezcla de materiales o productos que son lipofílicos o parcialmente
20 solubles en etanol, o de moléculas formuladas como emulsiones de aceite/agua/aceite.

El núcleo de la cápsula rompible de acuerdo con la invención representa, en peso, del 5 al 92 por ciento del peso total de la cápsula, de preferencia del 60 al 90 por ciento, y muy
25 preferiblemente del 70 al 80 por ciento.

El núcleo de la cápsula se puede componer de uno o más solventes lipofílicos convencionalmente utilizados en las industrias alimenticia, farmacéutica, o cosmética. En una modalidad preferida, estos solventes lipofílicos pueden ser triglicéridos, y en especial triglicéridos de cadena mediana, en particular triglicéridos de ácido caprílico y cáprico, o mezclas de triglicéridos, tales como aceite vegetal, aceite hidrogenado, aceite de coco, aceite de palmera, aceite de oliva, aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de linaza, aceite de semilla de algodón, aceite de cacahuete, aceite de semilla de uva, aceite de germen de trigo, aceite de pescado, grasa de remolacha, aceites minerales, y aceites de silicona. La cantidad de solvente lipofílico en el núcleo de una cápsula de acuerdo con la invención es del orden del 0.01 al 90 por ciento, de preferencia del 25 al 75 por ciento del peso total de la cápsula.

El núcleo también puede comprender una o más moléculas aromáticas o de fragancia, como se utilizan convencionalmente en la formulación de composiciones saborizantes o de fragancia. Se hará mención en particular de los hidrocarburos aromáticos, terpénicos y/o sesquiterpénicos, y más particularmente aceites esenciales, alcoholes, aldehídos, fenoles, ácidos carboxílicos en sus diferentes formas, acetales y éteres aromáticos, heterociclos nitrogenados, sulfonas, sulfuros, disulfuros, y mercaptanos, los cuales pueden ser aromáticos o no aromáticos. También pueden comprender una o más moléculas o extractos para uso cosmético.

El núcleo también puede comprender uno o más rellenos, como se utilizan en las emulsiones aromáticas. Se hará mención de la goma dammar, resinas de madera del tipo de goma de éster, isobutirato de acetato de sacarosa (SAIB), o aceites vegetales bromados. La función de estos agentes ponderadores es ajustar la densidad del núcleo líquido.

El núcleo también puede comprender uno o más edulcorantes,

los cuales se pueden proporcionar en la forma de una solución o suspensión en etanol. Los ejemplos de los edulcorantes adecuados pueden ser, pero no se limitan a, aspartame, sacarina, NHDC, sucralosa, acesulfame, neotame, taumatina, esteviosidas, etc.

5 El núcleo también puede comprender uno o más agentes aromáticos de "sensación", los cuales proporcionan ya sea un efecto refrescante, o bien un efecto caliente en la boca. Los agentes refrescantes adecuados pueden ser, pero no se limitan a, succinato de metilo y derivados del mismo, en particular Physcool® comercializado
10 por la solicitante. Un agente de efecto caliente adecuado puede ser, pero no se limitan a, vainillil-etil-éter.

Los agentes solubilizantes que se pueden solubilizar en el solvente del núcleo de la cápsula incluyen, pero no se limitan a, aromas y/o fragancias naturales o sintéticas. Los ejemplos de las fragancias adecuadas son fragancias de fruta, de confitería, florales, dulces, de madera. Los ejemplos de los aromas adecuados son vainilla, café, chocolate, canela, menta. El núcleo también puede comprender un color lipofílico, tal como colores simulados, pero también colores naturales, tales como óleo-resina de paprika, óleo-resina turmérica, carotenos, clorofilina, o cualquier otro producto
15 colorante natural adecuado. El núcleo también puede incluir agentes activos lipofílicos, tales como vitaminas, más preferiblemente vitamina B; ácidos grasos, de preferencia omega 3, y extractos naturales de plantas.

Las cápsulas de acuerdo con la invención se pueden incluir en
20 diferentes productos, tales como productos alimenticios, productos para el cuidado oral, productos nutracéuticos, productos farmacéuticos, productos de limpieza, y productos cosméticos. Por consiguiente, la invención se refiere a un producto alimenticio que incluye cápsulas rompibles de acuerdo con la invención; un producto
25 para el cuidado oral que incluye cápsulas rompibles de acuerdo con

la invención, de preferencia una pasta dental que incluye cápsulas rompibles de acuerdo con la invención; un producto farmacéutico que incluye cápsulas rompibles de acuerdo con la invención; una fragancia que incluye cápsulas rompibles de acuerdo con la invención.

Las cápsulas de la invención pueden estar dentro de una pasta, en suspensión en un gel, de preferencia llevadas con un agente formador de gel, tal como goma de xantano, goma de gelán, carboximetil-celulosa, o carbopol, araboxi-metil-celulosa, o cualquier polímero comúnmente utilizado como agente de suspensión, y que comprenda opcionalmente conservadores y estabilizantes.

El peso total de la cápsula de la invención depende de su diámetro y de la cantidad de núcleo que llene la cubierta. De acuerdo con una modalidad de la invención, el peso total de la cápsula está dentro del intervalo de 0.1 a 50 miligramos, de preferencia de 0.2 a 20 miligramos, y muy preferiblemente de 0.5 a 10 miligramos.

La invención se ilustra posteriormente en la presente mediante los siguientes Ejemplos, los cuales no deben considerarse como limitantes del alcance de la invención.

15

20

25

EJEMPLOS**Ejemplo 1**

Se preparan cápsulas de mentol (referidas como 3039/A1) mediante la co-extrusión de una fase líquida externa y una fase líquida interna, que presentan las siguientes composiciones.

Fase líquida externa	%/Peso	%/Materia	%/Cápsula
Materia seca: 15.0%	total	seca	húmeda
Gelán	2.000%	13.33	1.482
Sorbitol	1.000%	6.67	0.781
Dextrina Crystal Tex 648	11.400%	76.00	8.445
Citrato de sodio	0.200%	1.33	0.148
Ácido cítrico	0.1%	0.67	0.074
Pigmento azul Unipure CI77007	0.300%	2.00	0.222
Agua desionizada	85.000%		62.968
	100.000%	100	
Fase líquida interna	%	%	
Etanol	5.0000%	5%	
Miglyol 8128	81.5000%	81.5%	22.245%
Código de mentol	13.5000%	13.5%	3.685%
	100.0000%	100.00%	100%

Las cápsulas obtenidas se preparan en dos lotes referidos como A1a y A1b. Las cápsulas de cada lote se enfría a 4°C durante 1 hora se lavan con agua desionizada, y luego se sumergen en un baño que contiene una solución acuosa de cloruro de calcio (0.1 por ciento para A1a, y 1 por ciento para A1b) a un pH = 3.5, a una

temperatura = 20°C, durante 15 minutos.

Entonces se mide la resistencia al aplastamiento de la cápsula húmeda (resistencia de gel) para ambas cápsulas A1a y A1b, utilizando un texturómetro TA.XT plus de Micro Stable System, para
5 comparar la influencia de la concentración del calcio (los resultados se presentan en la Figura 1).

La resistencia de la cápsula húmeda es más alta utilizando una solución de CaCl_2 al 1 por ciento, que utilizando una solución de CaCl_2 al 0.1 por ciento.

10 Después de secarse, se mide la resistencia al aplastamiento de las cápsulas utilizando un texturómetro en el modo de compresión.

	3039/A1a	3039/A1b
Resistencia al aplastamiento (cápsulas secas)	184 g	186.6 g

Las cápsulas obtenidas presentan las siguientes características físicas:

15

Diámetro: 2 milímetros,
 Espesor de la cubierta: 0.096 milímetros,
 Peso total: 4 miligramos,
 Peso del núcleo: 2.8 miligramos (70 por ciento),
 20 Peso de la cubierta: 1.2 miligramos (30 por ciento),

Entonces se colocan estas cápsulas en un gel para dientes transparente, y provocan un buen efecto visual de cápsulas azules esféricas que liberan mentol cuando se rompen.

Ejemplo 2

25

Se preparan cápsulas de canela (referenciadas como 4053/F1)

mediante la co-extrusión de una fase líquida externa y una fase líquida interna, que presentan las siguientes composiciones:

5	Fase líquida externa Materia seca. 13.0%	%/Peso total	%/Materia seca
	Gelán	2.000%	15.38%
10	Sorbitol	1.900%	14.62%
	Dextrina Cristal Tex	8.500%	65.38%
	Citrato de sodio	0.200%	1.54%
	Citrato de calcio	0.100%	0.77%
	Dióxido de amonio	0.300%	2.31%
	Agua osmosizada	87.000%	100%
		100.000%	
15	Fase líquida interna	%/Peso total	% Sin etanol
	Etanol	5.0000%	
	Miglyol 8128	58.9000%	85,79%
20	Canela	19.6000%	14,21%
	Physcool	10.0000%	10.53%
	N-etil-p-mentan-3-carboxamida comercialmente disponible como	6.50000%	6.84%
25			

WS3		
Total	10,0000%	100,00%

5 Las cápsulas obtenidas se enfrían a 4°C durante 1 hora, se lavan con agua desionizada, y luego se sumergen en un baño que contiene una solución acuosa que contiene el 1.25 por ciento de cloruro de calcio a un pH = 3, y a una temperatura de 20°C, durante 30 minutos.

10

Las cápsulas obtenidas presentan las siguientes características físicas:

Diámetro:	1.2 milímetros,
Espesor de la cubierta:	0.053 milímetros,
Peso total:	0.87 miligramos,
Peso del núcleo:	0.62 miligramos (71.98%),
Peso de la cubierta:	0.24 miligramos (28.02%).

Entonces se incorporan las cápsulas en una base de pasta dental que contenga un saborizante de menta y cápsulas de canela 4053/F1 en un nivel de uso del 0.2 por ciento. Durante el cepillado, claramente se identifica el sabor de la canela, mostrando una buena probabilidad de rompimiento de las cápsulas.

15

Ejemplo 3

Se preparan cápsulas de naranja (referidas como 5053/C1), mediante la co-extrusión de una fase líquida externa y una fase líquida interna, que presentan las siguientes composiciones:

20

Fase líquida externa Materia seca:	%/Peso total	%/Cápsula húmeda
--	--------------	---------------------

25

5

10

15.0%		
Gelán	2.000%	0.95%
Sorbitol	1.000%	0.45%
Dextrina Cristal Tex 648	11.4%	5.36%
Citrato de sodio	0.200%	0.01%
Agua	84.5%	40%
	100.000%	
Fase líquida Interna	%	%
Saborizante de naranja	19.905%	5.47%
Aceite de coco	80%	47.7%
Color de paprika	0.095%	0.06%
Total	100,0000%	10,00%

15

Entonces se mide la resistencia al aplastamiento de la cápsula húmeda (resistencia de gel), utilizando un texturómetro TA.XT plus de Micro Stable System. El valor de resistencia al aplastamiento obtenido es de 15 gramos, y estas cápsulas se rompen fácilmente con los dientes.

20

Las cápsulas obtenidas presentan las siguientes características físicas:

Diámetro: 2.5 milímetros,
 Espesor de la cubierta: 0.32 milímetros,
 Peso total: 8.2 miligramos.

25

Luego se colocan las cápsulas en una suspensión de goma de

4/51

xantano, para aplicarse a una aplicación de bebida. Las cápsulas se pueden tragar o romper bajo los dientes para liberar el sabor en la boca.

Ejemplo 4

- 5 Se preparan cápsulas de mentol (referidas como 5025/B1) mediante la co-extrusión de una fase líquida externa y una fase líquida interna, que presentan la siguiente composición:

10

15

20

25

	% Cápsula seca		% Cápsula húmeda no tratada		% Cápsula húmeda tratada con ácido como agente de liberación de calcio	
	% Cubierta	%/Peso total	% Cubierta	%/Peso total	% Cubierta	%/Peso total
Fase líquida externa						
Gelán	13.333%	3.6%	3%	1.423%	2%	1.423%
Sorbitol	6.667%	1.8%	1%	0.712%	1%	0.712%
Dextrina Cristal Tex 648	76%	20.52%	11.4%	8.111%	11.4%	8.111%
Citrato de sodio	1.333%	0.360%	0.2%	0.142%	0.2%	0.142%
Ácido cítrico	0.667%	0.180%	0.1%	0.071%	0.1%	0.071%
Pigmento azul						
Unipure CI77007	2%	0.54%	0.3%	0.213%	0.3%	0.213%
Agua	0%	0%	85%	60.480%	85%	60.480%
Fase líquida						

52/2

5

10

	% Cápsula seca		% Cápsula húmeda no tratada		% Cápsula húmeda tratada con ácido como agente de liberación de calcio	
	% Cubierta	%/Peso total	% Cubierta	%/Peso total	% Cubierta	%/Peso total
interna						
Etanol	0%	0%	0%	0%	0%	0%
Miglyol	47.368%	34.579%	47.368%	13.664%	47.368%	13.664%
Código de mental	52.632%	38.421%	52.632%	15.183%	52.622%	15.183%
Total	100%	73%	100%	28.8%	100%	28.8%
Total		100%		100%		100%
Resistencia al aplastamiento	94.31 g		5.09g		15.09g	

15

El tratamiento de las cápsulas húmedas con un ácido como agente de liberación de calcio, permite mejorar la resistencia al aplastamiento de las cápsulas.

20

25

53
53

REIVINDICACIONES

1. Una cápsula rompible sin unión, la cual comprende un núcleo y una cubierta, en donde la cubierta incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de secuestro de metal divalente.

2. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el agente gelificante es una combinación de gelán y un agente gelificante seleccionado a partir del grupo que consiste en gelatina, ágar, carragenano, pectinas, goma de xantano, goma de celulosa, alginato, dextrano, curdlan, goma welan, goma rhamosan, o almidones modificados.

3. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en donde la cantidad de agente gelificante presente en la cubierta es del 4 al 95 por ciento, de preferencia del 5 al 75 por ciento, y todavía de una manera muy preferible es del 10 al 50 por ciento en peso del peso seco total de la cubierta.

4. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el agente gelificante es goma de gelán sola.

5. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde, cuando se utiliza en combinación con cuando menos otro agente gelificante, la proporción en peso entre la goma de gelán y los otros agentes gelificantes es de 80/20 a 20/80, de preferencia de 75/25 a 25/75, y todavía de una manera muy preferible de 60/40 a 50/50.

6. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el relleno es un derivado de almidón, tal como dextrina, maltodextrina, ciclodextrina, y/o un derivado de celulosa, tal como hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC).

hidroxi-propil-celulosa (HPC), metil-celulosa (MC), poli-alcoholes
vinílicos, polioles, o mezclas de los mismos.

7. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la cantidad del relleno en la
5 cubierta es cuando mucho del 98.5 por ciento, de preferencia del 25
al 95 por ciento, y todavía de una manera muy preferible del 50 al 80
por ciento en peso, sobre el peso seco total de la cubierta.

8. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el agente de secuestro es
10 una sal de metal, de preferencia seleccionada a partir del grupo que
consiste en citrato de trisodio, fosfato de trisodio, pirofosfato de
tetrasodio, hexametáfosfato de sodio, y mezclas de los mismos.

9. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la cantidad de agente de
secuestro es de cuando mucho el 2 por ciento, de preferencia de
cuando mucho el 1 por ciento, y todavía de una manera muy
preferible de cuando mucho el 5 por ciento en peso, del peso seco
total de la cubierta.

10. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la cubierta comprende
15 además una sal de ácido seleccionada a partir del grupo que
comprende citrato, glucuronato, adipato, fumarato, gluconato, y sal
de glucono-delta-lactona, y mezclas de los mismos.

11. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 10, la cual tiene una resistencia al
20 aplastamiento de 0.01 a 5 kp.

12. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera
de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la cantidad de plastificante
está en el intervalo de 0.1 al 30 por ciento en peso, de preferencia
del 2 por ciento al 15 por ciento en peso, y de una manera muy
25 preferible del 3 al 10 por ciento en peso, del peso seco total de la

cubierta.

13. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, la cual tiene una resistencia al aplastamiento de 0.01 a 5 kp.

5 14. Un proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión, el cual comprende:

- co-extruir una fase líquida externa e hidrofílica, y una fase líquida interna y lipofílica, con el objeto de formar una cápsula constituida de un núcleo que comprende a la fase interna y lipofílica, y una cubierta que comprende a la fase externa y lipofílica,

- sumergir en una solución acuosa que contenga un agente de curado,

- en donde la fase líquida externa incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de secuestro de metal divalente.

15 15. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 14, el cual comprende:

- co-extruir una fase líquida externa e hidrofílica, y una fase líquida interna y lipofílica, con el objeto de formar una cápsula constituida de un núcleo que comprende a la fase interna y lipofílica, y una cubierta que comprende a la fase externa y lipofílica,

- opcionalmente solidificar y/o gelificar la superficie de la cubierta, manteniendo la cápsula bajo condiciones frías,

20 - opcionalmente lavar la cápsula así obtenida con un solvente orgánico,

- sumergir en una solución acuosa que contenga un agente de curado,

- opcionalmente secar la cápsula.

25 16. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión, de acuerdo con la reivindicación 14 ó 15, en donde el

agente de curado comprende iones divalentes, de preferencia iones de calcio.

17. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16, en donde la solución acuosa que contiene un agente de curado es una solución de cloruro de calcio, cuyo pH es de preferencia de 3 a 4.

18. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, en donde el agente gelificante es una combinación de gelatina y cuando menos otro agente gelificante seleccionado a partir del grupo que consiste en gelatina e hidrocoloides, tales como ágar, carragenano, pectinas, goma de xantano, goma de celulosa, alginato, dextrano, curdlan, goma welan, goma rhamsan, o almidones modificados, y mezclas de los mismos.

19. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18, en donde el relleno es un derivado de almidón, tal como dextrina, maltodextrina, ciclodextrina, un derivado de celulosa, tal como hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, metilcelulosa, y mezclas de las mismas.

20. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 14 a 19, en donde el agente de secuestro es una sal de metal, de preferencia seleccionada a partir del grupo que comprende carbonato de sodio, citrato de trisodio, fosfato de trisodio, pirofosfato de tetrasodio, hexametáfosfato de sodio, y mezclas de los mismos.

21. El proceso para la fabricación de una cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 14 a 20, en donde la fase líquida hidrofílica externa comprende además un plastificante, de preferencia seleccionado a partir del grupo que

consiste en glicerol, sorbitol, maltitol, triacetina, o del tipo de polietilenglicol, u otro poliol con propiedades plastificantes, y mezclas de los mismos.

22. Una pasta que contiene cápsulas rompibles de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en suspensión en un gel formado con un agente formador de gel, tal como carboxi-metil-celulosa, goma de xantano o Carbopol, y que comprende opcionalmente conservadores y estabilizantes.

23. Un producto alimenticio, el cual incluye cápsulas rompibles de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

24. Un producto para el cuidado oral, el cual incluye cápsulas rompibles de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

25. Un producto farmacéutico, el cual incluye cápsulas rompibles de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

26. Una fragancia, la cual incluye cápsulas rompibles de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

15

20

25

RESUMEN

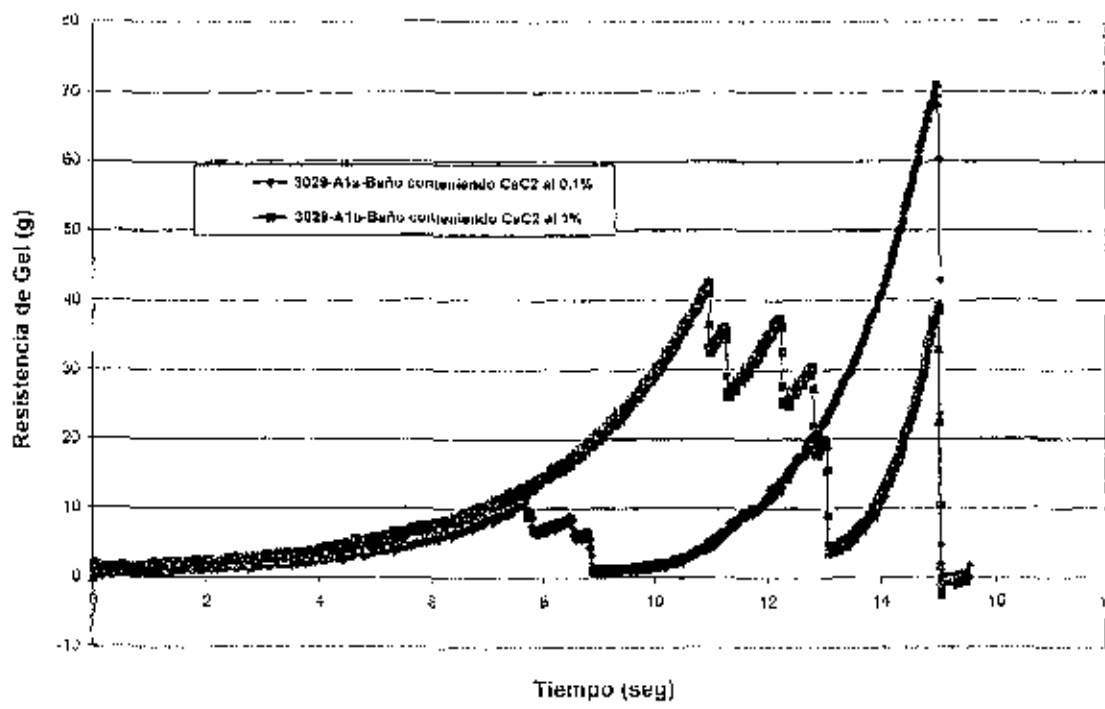
La invención se refiere a un proceso para fabricar una cápsula rompible sin unión, el cual comprende: co-extruir una fase líquida externa e hidrofílica, y una fase líquida interna y lipofílica, con el
5 objeto de formar una cápsula constituida de un núcleo que comprende a la fase interna y lipofílica, y una cubierta que comprende a la fase externa e hidrofílica; sumergir en una solución acuosa que contenga un agente de curado, en donde la fase líquida
10 externa incluye un agente gelificante que comprende una goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de secuestro de metal divalente; y a cápsulas rompibles que comprenden un núcleo y una cubierta, en donde la cubierta incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de secuestro de metal divalente.

15

20

25

FIG. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/002905

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. A61K9/48 A61K8/11 B01J13/04 A23L1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classifications and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A61K A23L B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, BIOSIS, EMBASE, WPI Data, FSTA

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 622 408 A (MERCK & CO. INC; CP KELCO APS) 2 November 1994 (1994-11-02) abstract page 2, lines 50-52 page 3, line 53 - page 4, line 4 example 6 page 7, lines 24-39	1-13, 22-26
X	DE 199 26 714 A1 (SU HEUNG CAPSULE CO., LTD) 10 August 2000 (2000-08-10) abstract page 2, lines 36-41 claims	1-13, 25
	-/-	

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See, if applicable, annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document during the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *I* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 February 2007

Date of mailing of the international search report

15/03/2007

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.O. Box 5818, Patentlaan 2
NL - 2200 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, fax: 31 661 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

VILLA RIVA, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2006/002905

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2 757 173 A (WARNER LAMBERT COMPANY) 19 June 1998 (1998-06-19) page 2, lines 14-19 page 2, lines 34-38 page 3, lines 1-7 page 4, lines 9-12 Table page 4 - Composition 1	1-13, 23-26
Y	DATABASE WPI Week 199903 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1999-029026 XP002422170 & JP 10 291928 A (FUJI CAPSULE KK) 4 November 1998 (1998-11-04) cited in the application abstract	1-26
Y	EP 1 072 633 A (WARNER-LAMBERT COMPANY) 31 January 2001 (2001-01-31) paragraphs [0019] - [0023] example 2	1-13, 23-26
Y	US 5 456 937 A (CHALUPA ET AL) 10 October 1995 (1995-10-10) column 2, lines 45-67 column 4, lines 18-23 examples	1-23, 26
Y	EP 0 513 603 A (FREUND INDUSTRIAL CO., LTD) 19 November 1992 (1992-11-19) cited in the application the whole document	1-26

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/182006/002905

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0622408	A	02-11-1994	AU 688754 B2 19-03-1998
			AU 6067694 A 03-11-1994
			CA 2121555 A1 28-10-1994
			DE 69431017 D1 29-08-2002
			DE 69431017 T2 20-03-2003
			DK 622408 T3 04-11-2002
			ES 2180558 T3 16-02-2003
			JP 6329833 A 29-11-1994
			US 5342626 A 30-08-1994
DE 19926714	A1	10-08-2000	BE 1013079 A3 04-09-2001
			ES 2148114 A1 01-10-2000
			FR 2788778 A1 28-07-2000
			JP 2000212070 A 02-08-2000
FR 2757173	A	19-06-1998	AT 198612 T 15-01-2001
			AU 5371498 A 15-07-1998
			CA 2272633 A1 25-06-1998
			CN 1240461 A 05-01-2000
			DE 69703897 D1 15-02-2001
			DE 69703897 T2 21-06-2001
			DK 946637 T3 05-03-2001
			EP 0946637 A1 06-10-1999
			ES 2155703 T3 16-05-2001
			GR 3035585 I3 29-06-2001
			HK 1024013 A1 28-02-2003
			ID 22476 A 21-10-1999
			JP 2001506692 T 22-05-2001
			JP 3822810 B2 20-09-2006
			JP 2002138035 A 14-05-2002
			KR 20000057602 A 25-09-2000
			PT 946637 T 31-05-2001
			WO 9827151 A1 25-06-1998
JP 10291928	A	04-11-1998	NONE
EP 1072633	A	31-01-2001	NONE
US 5456937	A	10-10-1995	AT 204712 T 15-09-2001
			AU 693230 B2 25-06-1998
			AU 2871495 A 19-01-1996
			CA 2193678 A1 04-01-1996
			DE 69522451 D1 04-10-2001
			DE 69522451 T2 02-05-2002
			DK 766515 T3 01-10-2001
			EP 0766515 A2 09-04-1997
			ES 2162926 T3 16-01-2002
			JP 10502247 T 03-03-1998
			PT 766515 T 28-02-2002
			WO 9600015 A2 04-01-1996
EP 0513603	A	19-11-1992	DE 69227858 D1 28-01-1999
			DE 69227858 T2 12-05-1999
			JP 3091254 B2 25-09-2000
			JP 4338230 A 25-11-1992

63

Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N° de solicitud: 03-135407 (22) Fecha de solicitud: 21-12-2007		(51) Int Cl: A81K 009/048 (71) Solicitante(s): V. MANE FILS	
(30) Prioridad (31) Prioridad (32) Fecha (33) País PCT/EP05/008502 21/06/2005 EP PCT/EP05/009226 05/08/2005 EP		(72) Inventor(es): DIDIER HARTMANN Y OTROS (74) Apoderado: EMILIO FERRERO	
(85) Fecha límite inicio fase nacional: 21/01/2008 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 21/06/2006 No. de solicitud PCT/IB2006/002905		(87) Publicación internacional Fecha: 01/02/2007 N° publicación: WO 2007/012981 A3	
(54) Título: CÁPSULA DE GELÁN ROMPIBLE SIN UNIÓN Y PROCESO PARA SU FABRICACIÓN			

Reivindicación(es):

1. Una cápsula rompible sin unión, la cual comprende un núcleo y una cubierta, en donde la cubierta incluye un agente gelificante que comprende goma de gelán sola o en combinación con otro agente gelificante, un relleno, y un agente de secuestro de metal divalente.

2. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el agente gelificante es una combinación de gelán y un agente gelificante seleccionado a partir del grupo que consiste en gelatina, ágar, carragenano, pectinas, goma de xantano, goma de celulosa, alginato, dextrano, curdlan, goma welan, goma rhamsan, o almidones modificados.

3. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en donde la cantidad de agente gelificante presente en la cubierta es del 4 al 95 por ciento, de preferencia del 5 al 75 por ciento, y todavía de una manera muy preferible es del 10 al 50 por ciento en peso del peso seco total de la cubierta.

4. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el agente gelificante es goma de gelán sola.

5. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde, cuando se utiliza en combinación con cuando menos otro agente gelificante, la proporción en peso entre la goma de gelán y los otros agentes gelificantes es de 80/20 a 20/80, de preferencia de 75/25 a 25/75, y todavía de una manera muy preferible de 60/40 a 50/50.

6. La cápsula rompible sin unión de

acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el relleno es un derivado de almidón, tal como dextrina, maltodextrina, ciclodextrina, y/o un derivado de celulosa, tal como hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC), hidroxipropilcelulosa (HPC), metilcelulosa (MC), polialcoholes vinílicos, polioles, o mezclas de los mismos.

7. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la cantidad del relleno en la cubierta es cuando mucho del 98.5 por ciento, de preferencia del 25 al 95 por ciento, y todavía de una manera muy preferible del 50 al 80 por ciento en peso, sobre el peso seco total de la cubierta.

8. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el agente de secuestro es una sal de metal, de preferencia seleccionada a partir del grupo que consiste en citrato de trisodio, fosfato de trisodio, pirofosfato de tetrasodio, hexametáfosfato de sodio, y mezclas de los mismos.

9. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la cantidad de agente de secuestro es de cuando mucho el 2 por ciento, de preferencia de cuando mucho el 1 por ciento, y todavía de una manera muy preferible de cuando mucho el 5 por ciento en peso, del peso seco total de la cubierta.

10. La cápsula rompible sin unión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la cubierta comprende además una sal de ácido seleccionada a partir del grupo que comprende citrato, glucuronato, adipato, fumarato, gluconato, y sal de glucono-delta-lactona, y mezclas de los mismos.

64
64

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 07 - 100,344
FECHA : DICIEMBRE 10 DE 2007

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-135407-00000-0000

BOGOTÁ, 20 DE DICIEMBRE DE 2007
CALLE 111, PISO 11, NIT 800176089-2
BOGOTÁ, 20 DE DICIEMBRE DE 2007
CALLE 111, PISO 11, NIT 800176089-2

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	49377610	10/12/2007	44,065,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	482,000.00
		TOTAL :	\$ 482,000.00

SON: CUATROCIENTOS OCHENTA Y DOS MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

060 16271-841-0028

65
63

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-135407-00000-0000

Fecha: 2007-12-21 16:49:01 Dep: 2020 NULGRI ACCION
Ley: 11 PATENTE Y DISEÑO Lvs: 375 PAT. NACIONAL
Act: 411 PRESENTACION Folio: 84



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

**REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE
PCT**

PATENTE DE INVENCION ☒

MODELO DE UTILIDAD ☐

- ◆ Indicación de que se solicita la concesión de una patente ☒
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☒
- ◆ Descripción de la invención ☒
- ◆ Dibujos de ser estos pertinentes ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☒

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial ☐
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☐
- ◆ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del *material que incorpora el diseño* ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado ☐
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☐
- ◆ Representación gráfica del esquema trazado ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

Cordia M. Nova Cortes
Firma Responsable

Fecha _____

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Conmutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

66
66

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
FERRERO EMILIO

REFERENCIA	Radicación No.	7 135407
	Solicitud internacional	PCT/IB2006/002905
	Fecha inicio fase nacional	21/01/2008
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	839

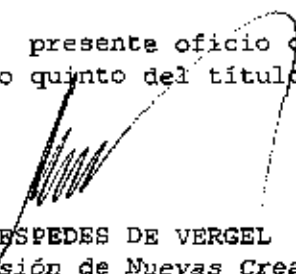
Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486.

2. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.


ALEX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 25 ENE. 2008
adpall