

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 583**

51 Int. Cl.:

**B01J 13/14** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2014** **E 14178724 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016** **EP 2832440**

54 Título: **Microcápsulas**

30 Prioridad:

**29.07.2013 EP 13306093**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**06.09.2016**

73 Titular/es:

**TAKASAGO INTERNATIONAL CORPORATION  
(100.0%)  
37-1, Kamata 5-chome, Ohta-ku  
Tokyo 144-8721, JP**

72 Inventor/es:

**WARR, JONATHAN;  
RIBAUT, TIPHAINÉ;  
ANTHONY, OLIVIER y  
FRASER, STUART**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

**ES 2 581 583 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Microcápsulas

5 **Campo de la invención**

La presente divulgación divulga una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica, un proceso para la preparación de esa microcápsula así como productos de consumo no ingeribles (tales como limpiadores para el hogar, productos de lavado, productos para el cuidado personal y productos cosméticos) que contengan esa microcápsula.

**Antecedentes**

La microencapsulación a través de polimerización por radicales libres implica la formación preliminar de una emulsión en la que una fase por lo general de base acuosa, continúa dispersa una fase hidrófoba, interna a encapsular. En la polimerización por radicales libres en suspensión, la formación de la pared polimérica de la microcápsula se basa en el crecimiento de cadenas de polímero que migran desde la fase interna de la emulsión a la superficie de contacto entre las dos fases. Una vez que se completa este proceso, por lo general se obtiene una dispersión de microcápsulas que encapsulan la fase interna. Cuando se realiza este proceso, sería deseable reducir la formación de partículas de látex (no deseadas) y conseguir una formación eficaz de la cubierta de la cápsula. Ambos aspectos pueden ser particularmente desafiantes cuando se trabaja con fragancias debido a su naturaleza química por lo general compleja.

El documento WO 2011/004006 A2 divulga un proceso para la preparación de microcápsulas, que comprende las etapas de 1) proporcionar una emulsión de aceite en agua que comprende un coloide protector, un iniciador de radicales soluble en aceite, una sustancia lipófila y una mezcla de monómeros que comprende un 50-90 % en peso de éster de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> de ácido acrílico o metacrílico y un 10-50 % en peso de un monómero de polivinilo; 2) desencadenar la polimerización y 3): dejar que la polimerización se propague.

30 **Sumario**

La presente divulgación divulga una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica. La microcápsula está dotada de propiedades ventajosas tales como reducción de la filtración de la fragancia por ejemplo después de su almacenamiento y en especial después de su almacenamiento en un medio líquido. La presente divulgación también divulga ciertas microcápsulas que presentan propiedades de cubierta independientes del pH. Esto significa por ejemplo que ciertas microcápsulas pueden presentar propiedades de cubiertas satisfactorias en condiciones ácidas (por ejemplo de pH 2) y alcalinas (por ejemplo hasta pH 12) como se puede encontrar en muchos líquidos para el hogar, para cuidado personal de lavado y cosméticos, tales como acondicionadores de tejidos y desodorantes (pH ácido) o detergentes líquidos para lavado y limpiadores de superficies duras (pH alcalino). La presente divulgación también divulga una dispersión de microcápsulas que contienen fragancia como se ha definido en el presente documento, en la que la cantidad de partículas de látex (es decir, perlas de polímero sólido pequeñas) es particularmente baja. La presente divulgación también divulga un proceso de polimerización por radicales libres en suspensión, sencillo y eficaz, para la preparación de una microcápsula o dispersión como se ha definido en el presente documento. La presente divulgación también divulga una solución técnica para mantener la homogeneidad y viscosidad apropiadas de formación de dispersión de microcápsulas a la vez que evoluciona la polimerización por radicales libres en suspensión. La presente divulgación también divulga un producto de bienes de consumo no ingerible, un producto de lavado, un producto para el cuidado personal o un producto cosmético que contiene una microcápsula o una dispersión de microcápsulas como se ha definido en el presente documento. En particular, la presente divulgación divulga los siguientes puntos:

1. Una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica, en la que:

- la composición de perfume incluye una fragancia,
- la cubierta incluye partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm (nanómetro) y 1 μm (micrómetro),
- la cubierta incluye además, en forma polimerizada, una mezcla que incluye:
  - i) entre un 20 % y un 75 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es un monómero monoetilénicamente insaturado y/o cloruro de dimetildialil amonio (DMAAC),
  - ii) entre un 20 % y un 70 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que es un monómero polietilénicamente insaturado seleccionado entre el grupo que consiste en un di- o poliéster de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico, una di- o poliamida de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico y mezclas de los mismos, y
  - iii) entre un 0,01 % y un 10 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es un compuesto de silano.

2. Una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica, en la que:

- la composición de perfume incluye una fragancia,
- 5 - la cubierta incluye partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$ ,
- la cubierta incluye, en forma polimerizada, una mezcla que incluye:
  - i) entre un 20 % y un 75 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es un monómero monoetilénicamente insaturado y/o cloruro de dimetildialil amonio (DMDAAC),
  - 10 ii) entre un 20 % y un 70 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que es un monómero polietilénicamente insaturado seleccionado entre el grupo que consiste en un di- o poliéster de alquilo  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$  del ácido (met)acrílico, una di- o poliamida de alquilo  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$  del ácido (met)acrílico y mezclas de los mismos, y
  - 15 iii) entre un 0,01 % y un 10 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es un compuesto de silano, en la que el compuesto (II) es tal que la microcápsula proporciona una filtración de fragancia inferior a aproximadamente un 35 % cuando se somete a ensayo después de almacenamiento durante 4 semanas a 40 °C en una base líquida de ensayo, de acuerdo con un método de ensayo de filtración, cuando la microcápsula se prepara de acuerdo con un procedimiento de preparación de ensayo de filtración, y la microcápsula encapsula la fragancia n.º 5, la base líquida de ensayo, el método de ensayo de filtración, el procedimiento de preparación y la fragancia n.º 5 que es como se define en los ejemplos.

3. Una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica, en la que:

- 25 - la composición de perfume incluye una fragancia,
- la cubierta incluye partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$ ,
- la cubierta incluye, en forma polimerizada, una mezcla que incluye:
  - 30 i) entre un 20 % y un 75 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es un monómero monoetilénicamente insaturado y/o cloruro de dimetildialil amonio (DMDAAC),
  - ii) entre un 20 % y un 70 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que es un monómero polietilénicamente insaturado seleccionado entre el grupo que consiste en un di- o poliéster de alquilo  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$  del ácido (met)acrílico, una di- o poliamida de alquilo  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$  del ácido (met)acrílico y mezclas de los mismos, y que:
    - 35 A1. contiene dos o más grupos éster de (met)acrilato o dos o más grupos amida de (met)acrilato por monómero, y
    - B1. tiene un peso molecular que, una vez dividido entre el número de grupos éster o amida de (met)acrilato, da un valor superior a 85 e inferior a 135; y
  - 40 iii) entre un 0,01 % y un 10 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es un compuesto de silano.

4. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 3, en la que el compuesto (I) se selecciona del grupo que consiste en ácido metacrílico, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, y mezclas de los mismos.

5. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 3, en la que el compuesto (I) es una combinación de:

- 50 ia) entre un 50 % y un 100 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero de monometacrilato neutro (Ia) que tiene una solubilidad en agua a pH 7 y 20 °C igual a, o superior a 2 g/100 ml,
- ib) entre un 0 % y un 50 % en peso con respecto al peso de la combinación de otro monómero monoetilénicamente insaturado neutro (Ib), y
- 55 ic) entre un 0 % y un 15 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero monoetilénicamente insaturado ionizado o ionizable (Ic).

6. La microcápsula de acuerdo con el punto 5, en la que el monómero de monometacrilato neutro (Ia) se selecciona del grupo que consiste en metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, metacrilato de glicidilo, metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter y mezclas de los mismos.

7. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 6, en la que el compuesto (II) es un di- o poliéster resultante de la esterificación del ácido (met)acrílico con un alcohol  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$  polihídrico lineal o ramificado y/o polietilenglicoles  $\text{C}_2\text{-C}_{24}$ .

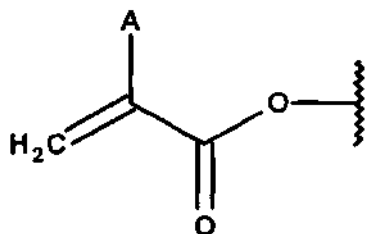
65

8. La microcápsula de acuerdo con el punto 7, en la que el compuesto (II) comprende uno o más de dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol y dimetacrilato de 1,3-propilenglicol.
- 5 9. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 8, en la que el compuesto (III) comprende metacriloxipropiltrimetoxisilano y/o metacriloxipropiltriethoxisilano.
10. Una dispersión de base acuosa que comprende una microcápsula como se define de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 9.
- 10 11. Una dispersión de base acuosa como se define en el punto 10, que está sustancialmente libre de partículas de látex.
12. Un producto que comprende una microcápsula como se define de acuerdo con cualquiera o varios de los puntos 1 a 9 o una dispersión de base acuosa como se define en el punto 10 u 11.
- 15 13. Un proceso para la preparación de una microcápsula como se define en cualquiera o varios de los puntos 1 a 9, que comprende las siguientes etapas:
- 20 a) proporcionar una emulsión de aceite en agua que tiene una fase oleosa y una fase acuosa, pudiéndose obtener dicha emulsión por mezcla de:
- partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$ ,
  - un iniciador de la polimerización soluble en aceite,
  - una composición de perfume que incluye una fragancia,
  - 25 - una mezcla como se define en cualquiera o varios de los puntos 1 a 9, y
  - un coloide protector,
- b) desencadenar la polimerización dentro de la fase oleosa de la emulsión obtenida en la etapa a),
- c) dejar que la polimerización se propague obteniendo de ese modo microcápsulas.
- 30 14. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para reducir la formación de partículas de látex en un proceso de polimerización por radicales libres en suspensión para la preparación de una microcápsula que contienen una composición de perfume, en la que la composición de perfume incluye una fragancia.
- 35 15. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para reducir la filtración de una microcápsula que contiene una composición de perfume, en la que la composición de perfume incluye una fragancia.
- 40 16. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para microencapsular una composición de perfume que incluye una fragancia.

#### Descripción detallada

- 45 A menos que se indique de otro modo, todos los porcentajes son porcentajes en peso.
- A menos que se indique de otro modo "un" o "uno" se refiere a uno o más.
- 50 A menos que se indique de otro modo, todos los términos químicos tienen los significados definidos en la 2ª Edición del Compendio de Terminología Química de la IUPAC Recopilada por A D McNaught y A Wilkinson Blackwell Scientific Publications Oxford 1997 y en la Nomenclatura de Química Orgánica de la IUPAC, publicada por Blackwell Scientific Publications Oxford 1993 ISBN 0632034882.
- 55 A menos que se indique de otro modo, el término "mezcla", "una mezcla" o "mezcla de monómeros" se refiere a la mezcla que incluye los compuestos (I) a (III).
- A menos que se indique de otro modo, los compuestos denominados monómero(s) son monómeros que se pueden polimerizar mediante polimerización por radicales libres.
- 60 A menos que se indique de otro modo, se debe entender que las referencias a "partículas de látex" o "formación de partículas de látex" se refieren a partículas de látex que se forman durante la polimerización en la fase acuosa de la emulsión. Por lo general, las partículas de látex tienen un tamaño en el intervalo de 5 nm a 5  $\mu\text{m}$  de diámetro.
- 65 A menos que se indique de otro modo "(met)acrilato" (o "(met)acrílico") se refiere al metacrilato (o metacrílico) y/o acrilato (o acrílico). Por ejemplo, significa metacrilato (o metacrílico). Por ejemplo, significa acrilato (o acrílico). Por ejemplo, significa metacrilato (o metacrílico) y acrilato (o acrílico).

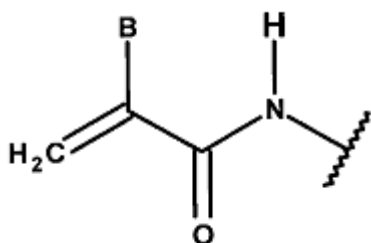
A menos que se indique de otro modo, los grupos éster metacrilato y acrilato son grupos que tienen un peso molecular de 85 y 71 unidades de masa, respectivamente, y las siguientes estructuras



5

en la que A es CH<sub>3</sub> para un grupo éster metacrilato o A es H para un grupo éster acrilato.

10 A menos que se indique de otro modo, los grupos amida de metacrilato o acrilato son grupos que tienen un peso molecular de 84 y 70 unidades de masa, respectivamente, y las siguientes estructuras



15

en la que B es CH<sub>3</sub> para un grupo amida de metacrilato o B es H para un grupo amida de acrilato.

A menos que se indique de otro modo, la temperatura ambiente es 20 °C.

20 Ciertas sustancias, en particular moléculas de perfumería, pueden existir como distintos isómeros (o como mezcla de distintos isómeros). En lo sucesivo en el presente documento, se pueden identificar también por medio de su número CAS. En estos casos, se informa del número CAS de un solo isómero. Sin embargo, ya menos que se indique de otro modo, se entenderá que la referencia cubre todos los isómeros existentes. Para sustancias que tienen varios isómeros independientemente de si se especifica su pureza, el uso de un número CAS de cualquier isómero o un número CAS colectivo debería cubrir todos los posibles isómeros de esa sustancia en particular.

25 La presente divulgación divulga una microcápsula que comprende, tal como que consiste en, una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica.

30 Algunos métodos de preparación de microcápsulas que contienen perfume se describen por ejemplo en MICROENCAPSULATION: Methods and Industrial Applications Editado por Benita y Simon (Marcel Dekker, Inc. 1996) y en Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology Microencapsulation de C. Thies. Algunas microcápsulas que se pueden obtener mediante polimerización por radicales libres son bien conocidas por los que trabajan en el campo de por ejemplo, perfumes encapsulados y son estructuralmente (y dimensionalmente) diferentes de otros tipos de cápsulas tales como cápsulas blandas sin interrupción convencionales o cápsulas duras de dos piezas usadas por ejemplo en farmacia para administrar sustancias por vía oral o por vía rectal a un sujeto.

35

Las microcápsulas divulgadas en el presente documento no están destinadas a administración oral o rectal a sujetos humanos o animales.

40 Una microcápsula como la que se divulga en el presente documento puede tener un espesor de la cubierta comprendido entre aproximadamente 100 nm y 800 nm, tal como entre aproximadamente 200 nm y 700 nm, por ejemplo entre aproximadamente 300 nm y 600 nm.

45 Una microcápsula como la que se divulga en el presente documento puede tener una composición de proporción de peso de perfume con respecto a cubierta que está comprendida entre 50:1 y 1:1, tal como entre 30:1 y 1:1, o entre 20:1 y 1:1, por ejemplo entre 10:1 y 1:1.

La microcápsula divulgada en el presente documento puede ser sustancialmente esférica.

La microcápsula divulgada en el presente documento puede tener un tamaño medio de partícula (valor de tamaño de partícula de volumen medio  $D(v; 0,5)$ ) igual o superior a 7,5 micrómetros (7,5  $\mu\text{m}$ ), por ejemplo igual o superior a 10  $\mu\text{m}$ , tal como igual o superior a 15  $\mu\text{m}$ , o igual o superior a 20  $\mu\text{m}$ , por ejemplo igual o superior a 25  $\mu\text{m}$ . La microcápsula divulgada en el presente documento puede tener un tamaño medio de partícula igual o inferior a 60 micrómetros (60  $\mu\text{m}$ ), por ejemplo igual o inferior a 50  $\mu\text{m}$ , tal como igual o inferior a 45  $\mu\text{m}$ , por ejemplo igual o inferior a 40  $\mu\text{m}$ . La microcápsula divulgada en el presente documento puede tener un tamaño de medio de partícula comprendido entre 7,5 micrómetros (7,5  $\mu\text{m}$ ) y 60 micrómetros (60  $\mu\text{m}$ ), o entre 7,5  $\mu\text{m}$  y 50  $\mu\text{m}$ , o entre 10  $\mu\text{m}$  y 50  $\mu\text{m}$ , o entre 7,5  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , o entre 10  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , o entre 15  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , o entre 15  $\mu\text{m}$  y 40  $\mu\text{m}$ , o entre 20  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , o entre 25  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , o entre 25  $\mu\text{m}$  y 40  $\mu\text{m}$ , o entre 25  $\mu\text{m}$  y 35  $\mu\text{m}$ .

Las microcápsulas que se pueden obtener mediante polimerización por radicales libres por lo general tienen tamaños de partícula medios bastante pequeños (por ejemplo inferiores a aproximadamente 7 micrómetros). Esto se podría deber a una creencia técnica de que este tamaño se las arregla mejor con una polimerización eficaz, conduciendo de este modo a cápsulas con mejores propiedades. Al mismo tiempo, también se pensó que el tamaño medio de partícula no tenía un impacto significativo en la filtración de la cápsula final. Sin embargo, los resultados experimentales obtenidos por el presente Solicitante mostraron que con la polimerización no se satisfacen cuestiones significativas cuando se dirigen a tamaños más grandes y que el tamaño medio de las partículas más grande puede proporcionar aproximadamente una ventaja en términos de filtración. Si se desean microcápsulas con dimensiones que no las hacen visibles a simple vista cuando se depositan en una superficie de color negro, entonces es recomendable tener como objetivo un tamaño de partícula medio inferior a por ejemplo 70 micrómetros.

La técnica preferida usada en la presente divulgación para medir el tamaño medio de partícula de la microcápsula es la dispersión de luz usando por ejemplo un analizador de Distribución de Tamaño de partícula de dispersión Láser Horiba® o Malvern® o un instrumento equivalente que funciona con el principio de dispersión de luz láser de bajo ángulo (LALLS) siguiendo las directrices generales establecidas en la norma ISO 13320 "Análisis del Tamaño de Partícula - Métodos de Difracción con Láser".

La cubierta polimérica de la microcápsula comprende partículas coloidales sólidas (también conocidas como coloides en partículas) que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  tal como se mide por ejemplo a través de dispersión de luz dinámica. La polimerización por radicales libres para preparación de microcápsulas por lo general incluye la formación inicial de una emulsión de aceite en agua. Los coloides en partículas permiten obtener emulsiones de aceite en agua de Pickering estabilizadas mediante coalescencia limitada. Se conoce el proceso de formación de emulsiones de Pickering. Este se discute por ejemplo en Whitesides y Ross, J. Interface Colloid Sci. 196, 48-59 (1995).

Algunos ejemplos de materiales que se pueden usar de forma adecuada en forma de partículas coloidales sólidas en las microcápsulas divulgadas en el presente documento son sílice, cuarzo, vidrio, aluminio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), silicatos de aluminio (por ejemplo arcillas), silicio, cobre, estaño ( $\text{SnO}$ ), talco, óxidos o hidróxidos inorgánicos (por ejemplo  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), acero, hierro, asbestos, níquel, cinc, plomo, mármol, tiza ( $\text{CaCO}_3$ ), yeso ( $\text{CaSO}_4$ ), baritas (por ejemplo  $\text{BaSO}_4$ ), grafito y negro de carbono. Algunos materiales preferidos son sílice, silicatos de aluminio y óxidos o hidróxidos inorgánicos. La sílice es un material altamente preferido.

Las partículas coloidales sólidas adecuadas para la presente divulgación pueden tener o no la superficie modificada. La modificación superficial puede impartir la capacidad a los materiales para repartirse en la superficie de contacto de las fases acuosa y oleosa o puede mejorar la compatibilidad entre los materiales y la cubierta polimérica de la microcápsulas. Algunos ejemplos de modificación superficial incluyen tratamientos químicos para aumentar o disminuir la hidrofobia de las partículas. Como alternativa, algunos agentes que modifican la superficie se pueden adsorber en superficie de las partículas para impartir propiedades de superficie activa apropiadas. Como alternativa, algunas partículas se pueden modificar por medio de agentes de acoplamiento que mejoran la compatibilidad entre los materiales y la cubierta polimérica de la microcápsulas. Algunas técnicas para modificar superficies de las partículas se discuten por ejemplo en "Nanoparticle Technology handbook" 1ª edición, año 2007, Solicitud 41 (páginas 593-596) "Surface modification of inorganic nanoparticles by organic functional groups". Algunas partículas coloidales sólidas modificadas (así como no modificadas) están disponibles en el mercado.

Algunos ejemplos de sílices coloidales adecuadas pueden ser sílices pirógenas secas (tales como las disponibles en el mercado en la gama Aerosil® de Evonik®) o dispersiones acuosas de sílice coloidal (tales como las disponibles en el mercado en la gama Ludox® de Du Pont®). Algunas deben ser partículas de sílice pirógena o partículas de sílice condensada. Algunas sílices pirógenas están particularmente adaptadas para la estabilización de emulsiones con tamaños de gotita en el intervalo de 10  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ . Para gotitas más grandes, las sílices coloidales podrían ser más apropiadas. Algunas calidades adecuadas de sílice pirógena son Aerosil® 200 (una sílice pirógena hidrófila con un área de superficie específica de 200  $\text{m}^2/\text{g}$ ) y Aerosil® R816 que tiene un área de superficie BET de  $190 \pm 20 \text{m}^2/\text{g}$  y un tamaño de partícula primaria medio de aproximadamente 12 nm, ambas disponibles en Evonik®.

Las cantidades de partículas coloidales sólidas pueden estar comprendidas entre un 0,025 % y un 10 %, tal como entre un 0,05 % y un 7,5 %, por ejemplo entre un 0,1 % y un 5 %, tal como entre un 0,2 % y un 3 %, o entre un 0,3 % y un 2 %, o entre un 0,3 % y un 1,2 %, tal como un 0,6 % en peso con respecto al peso de una suspensión seca.

El uso de partículas coloidales sólidas en solitario puede conducir a una cubierta de microcápsula no totalmente satisfactoria. El uso combinado de partículas coloidales sólidas y un compuesto de silano como se ha divulgado en el presente documento puede superar este efecto y permitir que se consiga una cubierta de microcápsulas de alta calidad incluso cuando se microencapsulan fragancias que pueden inhibir la polimerización. A su vez, esto puede influir por último en la filtración de la microcápsula final.

El compuesto (I) es preferentemente un monómero monoetilénicamente insaturado.

Algunos ejemplos adecuados del compuesto (I) son:

- a) ácidos mono- o poli carboxílicos C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> monoetilénicamente insaturados,
- b) amidas de ácidos mono- o poli carboxílicos C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> monoetilénicamente insaturados;
- c) ésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> lineal o ramificado opcionalmente mono- o polisustituido de ácidos mono- o poli carboxílicos C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> monoetilénicamente insaturados,
- y
- d) ésteres de cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> opcionalmente mono- o polisustituido de ácidos mono- o poli carboxílicos C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> monoetilénicamente insaturados,

en el que algunos sustituyentes opcionales se seleccionan del grupo que consiste en -OH, -OR, -C(O)R, -NH<sub>2</sub>, -NHR, -NR<sub>2</sub>, -NR<sub>3</sub><sup>+</sup>, anillos aromáticos -C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub> o heteroaromáticos, y ciclo- o heterocíclico alquilo C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>, en los que R es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. El ácido carboxílico es preferentemente un ácido monocarboxílico tal como ácido metacrílico.

Por ejemplo, el compuesto (I) se selecciona de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido itacónico, metacrilato de 2-(dietilamino)etilo, metacrilato de dimetilaminoetilo, metacrilato de 2-(terc-butilamino)etilo, N-[3-(dimetilamino)propil]metacrilamida, cloruro de 3-trimetilamonio propil metacrilamida, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de terc-butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de n-butilo, metacrilamida, metacrilato de bencilo, metacrilato de isobornilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de tetrahidrofurilo, metacrilato de glicidilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter, metacrilato de 2-etil(2-oxoimidazolidin-1-ilo), cloruro de acriloxietiltrimetil amonio, cloruro de metacriloxietiltrimetil amonio y mezclas de los mismos.

El compuesto (I) se puede seleccionar entre ácido metacrílico, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2- o 3-hidroxipropilo y mezclas de los mismos, por ejemplo ácido metacrílico, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo y mezclas de los mismos.

El compuesto (I) puede ser una combinación de ácido metacrílico y metacrilato de metilo y/o etilo. La combinación se puede usar en una cantidad comprendida entre un 30 % y un 60 %, por ejemplo entre un 35 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla. En la combinación, el ácido metacrílico puede estar presente entre un 35 % y un 50 %, tal como entre un 45 y un 47 %, en peso, y metacrilato de metilo o etilo entre un 0 % y un 15 %, tal como entre un 0 y un 8 %, en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla.

De forma ventajosa, el compuesto (I) es un monómero insaturado de monometacrilato lo que significa que contiene un solo grupo éster metacrilato. En efecto, algunos metacrilatos demostraron ser menos susceptibles a la hidrólisis que los acrilatos en exposición prolongada a pH ácido o alcalino y temperaturas de almacenamiento elevadas. Por lo tanto, puede ser ventajoso que el compuesto (I) no contenga derivados de ácido acrílico tales como ésteres o amidas de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> o cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> del ácido acrílico.

En una realización, la mezcla incluye por ejemplo entre un 30 % y un 60 %, por ejemplo entre un 35 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) y (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es una combinación de:

- ia) entre un 50 % y un 100 %, tal como entre un 60 % y un 100 %, por ejemplo entre un 70 % y un 100 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero de monometacrilato neutro (Ia) que tiene una solubilidad en agua a 20 °C igual a, o superior a 2 g/100 ml,
- ib) entre un 0 % y un 50 %, tal como entre un 0 % y un 60 %, por ejemplo entre un 0 % y un 30 % en peso con respecto al peso de la combinación de otro monómero monoetilénicamente insaturado neutro (Ib), y
- ic) entre un 0 % y un 15 %, tal como entre un 0 % y un 5 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero monoetilénicamente insaturado ionizado o ionizable (Ic).

Adoptar la combinación anterior de monómeros (Ia) a (Ic) permite obtener microcápsulas que presentan propiedades de cubierta que son independientes del pH en un intervalo de pH encontrado normalmente en productos para el hogar líquidos, para el cuidado personal de lavado y cosméticos, tales como acondicionadores de tejido y

desodorantes (pH ácido) o detergentes líquidos para lavado y limpiadores de superficies duras (pH alcalino), se adopta la combinación de los monómeros (Ia) a (Ic) mencionados anteriormente. Por ejemplo con este intervalo de pH está comprendido entre 2 y 12, tal como superior a 4, por ejemplo entre 4 y 12. Por lo tanto, es particularmente ventajoso que un producto (como se define a continuación) que incluye una microcápsula que se puede obtener con esa mezcla sea líquido a temperatura ambiente y tenga un pH, por ejemplo, superior a 4, tal como superior a 4 e inferior a 12.

En la presente descripción y a menos que se indique de otro modo, "neutro" se refiere a que el monómero de monometacrilato no está ionizado o está ionizado en una cantidad inferior a un 20 % en moles cuando se mide en agua desionizada a 20 °C a un pH de 2 y 12. Por ejemplo, un monómero de monometacrilato es neutro si no contiene grupos funcionales que están permanentemente ionizados tales como aminas cuaternizadas, por ejemplo sales de alquil amonio cuaternario. Por ejemplo, un monómero de monometacrilato neutro puede contener grupos funcionales cuyas especies protonadas tienen un  $pK_a$  superior a aproximadamente 12,5, tal como superior a aproximadamente 12,7, por ejemplo superior a aproximadamente 13, tal como comprendido entre aproximadamente 13 y 30. Por ejemplo, un monómero de monometacrilato es neutro si no contienen grupos funcionales tales como grupos ácido carboxílico, grupos amino primario o secundario. Como alternativa, un monómero de monometacrilato neutro puede contener grupos funcionales tales como grupos alcoholes primarios, amidas primarias o secundarias o grupos éter.

El monómero (Ia) tiene una solubilidad en agua a pH 7 y 20 °C igual a, o superior a 2 g/100 ml, por ejemplo superior a 3, tal como superior a 4 o superior a 5 g/100 ml. El monómero (Ia) es un monómero hidrófilo. La solubilidad en agua se mide de forma conveniente de acuerdo con el método 105 de la OECD - solubilidad en agua adoptado el 27 de julio de 1995 (DIRECTRIZ PARA EL ENSAYO DE AGENTES QUÍMICOS DE LA OECD).

El monómero (Ia) se puede seleccionar entre metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, metacrilamida, metacrilato de glicidilo, metacrilonitrilo, metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter, por ejemplo PEG300 metacrilato metil éter o por ejemplo un metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter en el número medio de unidades de PEG está comprendido entre 3 y 20, por ejemplo entre 5 y 10 (por ejemplo trietilenglicol metil éter metacrilato; tetraetilenglicol metil éter metacrilato; pentaetilenglicol metil éter metacrilato; decaetilenglicol metil éter metacrilato; pentadecaetilenglicol metil éter metacrilato), y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el monómero (Ia) se puede seleccionar entre metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, metacrilato de glicidilo, trietilenglicol metil éter metacrilato; PEG300 metacrilato metil éter, y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el monómero (Ia) se puede seleccionar entre metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de glicidilo, metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter y mezclas de los mismos.

Preferentemente, el monómero (Ia) incluye al menos metacrilato de 2-hidroxietilo. Por ejemplo, el metacrilato de 2-hidroxietilo puede representar al menos un 10 % o al menos un 20 % o al menos un 30 % o al menos un 40 % o al menos un 50 % o al menos un 60 % o al menos un 70 % o al menos un 80 % o al menos un 90 % en peso del monómero (Ia) en la mezcla. El monómero (Ia) puede consistir en metacrilato de 2-hidroxietilo.

El monómero (Ib) es un monómero monoetilénicamente insaturado neutro distinto de, es decir, diferente del monómero (Ia). Neutro se define como se ha discutido anteriormente.

Algunos ejemplos de monómeros (Ib) adecuados pueden ser:

- ésteres de alquilo  $C_1$ - $C_{24}$  lineal o ramificado opcionalmente sustituido de ácidos mono- o poli carboxílicos  $C_3$ - $C_6$  monoetilénicamente insaturados,
- y
- ésteres de cicloalquilo  $C_3$ - $C_6$  opcionalmente sustituido de ácidos mono- o poli carboxílicos  $C_3$ - $C_6$  monoetilénicamente insaturados.

Algunos sustituyentes opcionales pueden ser -OH, -OR, -C(O)R, en los que R es alquilo  $C_1$ - $C_4$  mientras que un ácido mono- o poli carboxílico es el ácido metacrílico.

El monómero (Ib) de forma conveniente puede tener una solubilidad en agua a pH 7 y 20 °C inferior a 2 g/100 ml. Este puede ser totalmente insoluble en agua. El monómero (Ib) es un monómero hidrófobo. La solubilidad en agua se mide de forma conveniente de acuerdo con el método 105 de la OECD - solubilidad en agua adoptado el 27 de julio de 1995 (DIRECTRIZ PARA EL ENSAYO DE AGENTES QUÍMICOS DE LA OECD).

El monómero (Ib) se puede seleccionar entre metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de terc-butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de bencilo, metacrilato de isobornilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de tetrahidrofurfurilo, mono(etilenglicol) metil éter metacrilato, di(etilenglicol) metil éter metacrilato, y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el monómero (Ib) se puede seleccionar entre metacrilato de metilo y/o metacrilato de etilo.



Preferentemente, el monómero (Ib) incluye al menos un metacrilato de metilo. Preferentemente, el monómero (Ib) incluye al menos un metacrilato de etilo. Por ejemplo, el metacrilato de metilo y/o etilo metacrilato puede estar presente en una cantidad de al menos un 10 %, tal como al menos un 20 %, por ejemplo al menos un 30 %, tal como al menos un 40 %, o al menos un 50 %, o al menos un 60 %, o al menos un 70 %, tal como al menos un 80 %, por ejemplo al menos un 90 % en peso con respecto al peso combinado de todos los monómeros (Ib) presentes en la mezcla. El monómero (Ib) puede consistir en metacrilato de metilo y/o metacrilato de etilo.

El monómero (Ic) es un monómero monoetilénicamente insaturado ionizado o ionizable.

En la presente descripción y a menos que se indique de otro modo, "ionizado o ionizable" se refiere a que el monómero (Ic) está permanentemente ionizado o ionizado en una cantidad superior a un 20 % en moles cuando se mide en agua desionizada a 20 °C a un pH de 2 o 12. Por ejemplo, el monómero (Ic) está ionizado o se puede ionizar si contiene grupos funcionales que están permanentemente ionizados tales como aminas cuaternizadas, por ejemplo sales de alquil amonio cuaternario. Por ejemplo, el monómero (Ic) puede contener grupos funcionales cuyas especies protonadas tienen un  $pK_a$  superior a aproximadamente 12,5, tal como inferior a aproximadamente 11, por ejemplo inferior a aproximadamente 10, tal como comprendido entre aproximadamente 10 y 0. Por ejemplo, un monómero ionizado o ionizable (Ic) puede contener uno o más grupos funcionales tales como grupos ácido carboxílico, grupos ácido sulfónico y grupos amino primario o secundario.

Algunos ejemplos del monómero (Ic) son el ácido (met)acrílico, cloruro de 3-(metacriloilamino)propil]trimetilamonio, cloruro de dimetildialil amonio, ácido maleico, ácido itacónico, metacrilato de 2-(diethylamino)etilo, metacrilato de dimetilaminoetilo, metacrilato de 2-(terc-Butilamino)etilo, N-[3-(dimetilamino)propil]metacrilamida, cloruro de acriloxietiltrimetil amonio, metacrilato de 2-etil(2-oxoimidazolidin-1-ilo) y mezclas de los mismos. Algunos ejemplos preferidos son ácido metacrílico y/o cloruro de 3-(metacriloilamino)propil]trimetilamonio.

El compuesto (II) es un monómero polietilénicamente insaturado. El compuesto (II) también se puede denominar agente reticulador debido a su función de reticulación en la preparación de la cubierta de la cápsula.

El compuesto (II) puede ser un monómero de di- o poli(met)acrilato lo que significa que contiene dos o más grupos éster o amida de (met)acrilato.

Algunos ejemplos de di- o poliamida de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido (met)acrílico son N,N-metilenbis(2-metil(met)acrilamida), N,N-etilenbis(2-metil(met)acrilamida) y las amidas que se pueden obtener haciendo reaccionar melamina con ácido (met)acrílico.

Preferentemente, el compuesto (II) se selecciona del grupo que consiste en un di- o poliéster de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido metacrílico, una di- o poliamida de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido metacrílico y mezclas de los mismos, tal como un di- o poliéster de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido metacrílico, una di- o poliamida de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido metacrílico y mezclas de los mismos, por ejemplo un di- o poliéster de alquilo  $C_2-C_{24}$  del ácido metacrílico.

Algunos di- o poliésteres adecuados son los que resultan de la esterificación de ácido metacrílico con alcoholes  $C_2-C_{24}$  polihídricos lineales o ramificados, tal como  $C_2-C_{12}$ , o  $C_2-C_{24}$ , tales como polietilenglicoles  $C_2-C_{12}$ . Algunos alcoholes polihídricos adecuados pueden ser los que tienen un peso molecular medio el número de hasta aproximadamente 6000. Algunos polietilenglicoles adecuados pueden ser los que tienen un peso molecular medio en número de hasta aproximadamente 7500. De forma ventajosa, los alcoholes polihídricos son dioles. De forma ventajosa, los polietilenglicoles son di-, tri- o tetra-etilenglicoles.

Algunos ejemplos del compuesto (II) son dimetacrilato de 1,4-butilenglicol (peso molecular, PM, aproximadamente 226); dimetacrilato de 1,3-butilenglicol (PM aproximadamente 226); trimetacrilato de pentaeritritol (PM aproximadamente 340); trimetacrilato de glicerol (PM aproximadamente 296); dimetacrilato de 1,2-propilenglicol (PM aproximadamente 212), dimetacrilato de 1,3-propilenglicol (PM aproximadamente 212), dimetacrilato de etilenglicol (PM aproximadamente 198), dimetacrilato de dietilenglicol (PM aproximadamente 242); dimetacrilato de glicerol (PM aproximadamente 228); dimetacrilato de 1,6-hexano diol (PM aproximadamente 226), trimetacrilato de trimetilolpropano (PM aproximadamente 338); tetrametacrilato de pentaeritritol etoxilado (PM aproximadamente 585), y mezclas de los mismos. Algunos ejemplos preferidos son dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de dietilenglicol y mezclas de los mismos, tal como dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol y mezclas de los mismos.

El compuesto (II) puede incluir al menos dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol o dimetacrilato de dietilenglicol, tal como al menos dimetacrilato de 1,4-butilenglicol y/o dimetacrilato de etilenglicol y/o dimetacrilato de 1,3-propilenglicol. Por ejemplo, el monómero (II) puede incluir al menos, o puede consistir en, dimetacrilato de 1,4-butilenglicol. Por ejemplo, el monómero (II) puede incluir al menos, o puede consistir en, dimetacrilato de etilenglicol. Por ejemplo, el monómero (II) puede incluir al menos, o puede consistir en, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol. Por ejemplo, el monómero (II) puede incluir los agentes de reticulación mencionados anteriormente en una cantidad de al menos un 10 %, tal como al menos un 20 %, por

ejemplo al menos un 30 %, tal como al menos un 40 %, o al menos un 50 %, o al menos un 60 %, o al menos un 70 %, tal como al menos un 80 %, por ejemplo al menos un 90 % en peso con respecto al peso combinado del compuesto (II) en la mezcla.

- 5 En un aspecto, el compuesto (II) es un di- o poliéster de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico, preferentemente ácido metacrílico, y:
- A1. Contiene dos o más, por ejemplo de 2 a 6, o de 2 a 4 tal como 2 o 3 o 4 grupos éster o amida de (met)acrilato por monómero, y
- 10 B1. Tiene un PM (peso molecular, expresado como unidades de masa) que, una vez dividido entre el número de grupos éster o amida de (met)acrilato, da un valor superior a aproximadamente 85, por ejemplo superior a aproximadamente 90, e inferior a aproximadamente 135, tal como inferior a aproximadamente 121.

En una realización, el compuesto (II) satisface las condiciones A1 y B1 mencionadas anteriormente con la condición de que uno o más de dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol y dimetacrilato de dietilenglicol estén excluidos.

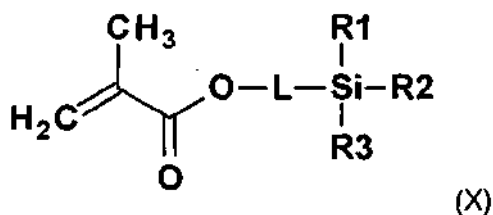
En un aspecto, el compuesto (II) puede ser un monómero polietilénicamente insaturado como se ha definido anteriormente de modo que la microcápsula proporciona una filtración de fragancia inferior a aproximadamente un 35 %, tal como inferior a aproximadamente un 28 %, por ejemplo inferior a aproximadamente un 22 %, cuando se somete a ensayo después de almacenamiento durante el 4 semanas a 40 °C en una base líquida de ensayo, de acuerdo con un método de ensayo de filtración, cuando la microcápsula se prepara de acuerdo con un procedimiento general de preparación, y la microcápsula encapsula la fragancia n.º 5, la base líquida de ensayo, el método de ensayo de filtración, el procedimiento general de preparación y la fragancia n.º 5 que es como se define en los ejemplos incluidos en el presente documento.

En una realización, el compuesto (II) satisface la condición de filtración mencionada anteriormente con la condición de que cualquiera o varios de dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol y dimetacrilato de dietilenglicol estén excluidos.

30 El compuesto (II) puede estar presente entre un 30 y un 60 %, o entre un 35 y un 60 %, o entre un 40 y un 55 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III).

El compuesto (III) puede ser un monómero de monometacrilato de silano y/o un agente de transferencia de cadena de silano.

35 Un monómero de monometacrilato de silano adecuado puede tener la fórmula (X):



40 en la que:

R1, R2 y R3 se seleccionan cada uno independientemente entre el grupo que consiste en metoxi, etoxi y metilo, con la condición de que al menos un dos de R1, R2 y R3 sean metoxi o etoxi; L es un grupo espaciador, por ejemplo un grupo espaciador de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, tal como un grupo espaciador de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> lineal, que puede incluir un grupo carbamato (es decir, -OC(O)NH-). Algunos ejemplos de grupos espaciadores L pueden ser -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>- (CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- y -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-O-C(O)-NH-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-. Por ejemplo, el grupo espaciador -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- es preferido.

Un agente de transferencia de cadena de silano adecuado es el mercaptopropiltrimetoxisilano.

50 Algunos ejemplos del compuesto (III) disponibles en el mercado son:

- |   |                      |
|---|----------------------|
| i. metacriloxipropiltrimetoxisilano                       | CAS n.º 2530-85-0;   |
| ii. metacriloxipropiltriethoxisilano                      | CAS n.º 21142-29-0;  |
| iii. mercaptopropiltrimetoxisilano                        | CAS n.º 4420-74-0;   |
| 55 iv. o-(metacriloxietil)-N-(trietoxisililpropil)uretano | CAS n.º 115396-93-5; |
| v. metacriloximetiltrimetoxisilano                        | CAS n.º 54586-78-6;  |
| vi. (metacriloximetil)metil dietoxisilano                 | CAS n.º 121177-93-3; |
| vii. (metacriloximetil)metil dimetoxisilano               | CAS n.º 3978-58-3;   |

y  
viii. mezclas de los mismos.

5 Por ejemplo, el compuesto (III) puede incluir al menos, tal como consistir en, metacriloxipropiltrimetoxisilano y/o metacriloxipropiltriethoxisilano. Por ejemplo, el monómero (III) puede incluir al menos, tal como consistir en, metacriloxipropiltrimetoxisilano. Por ejemplo, el monómero (III) m puede incluir al menos, tal como consistir en, metacriloxipropiltriethoxisilano.

10 El monómero (III) puede estar presente entre un 0,5 y un 10 %, tal como entre un 0,5 y un 5 %, o entre un 1 y un 5 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III).

La mezcla puede incluir, tal como consistir en:

- entre un 20 y un 60 %, tal como entre un 35 y un 60 % del compuesto (I),
- entre un 20 y un 70 %, tal como entre un 35 y un 60 % del compuesto (II) y
- 15 - entre un 0,5 y un 10 %, tal como entre un 0,5 y un 5 % del compuesto (III), con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III).

Por ejemplo, la cubierta comprende, en forma polimerizada, una mezcla que incluye, tal como que consiste en:

20 i) entre un 20 % y un 60 %, preferentemente entre un 30 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es una combinación de ácido metacrílico con metacrilato de metilo o etilo;

25 ii) entre un 20 % y un 70 %, preferentemente entre un 30 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que se selecciona de un di- o poliéster de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido metacrílico, una di- o poliamida de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido metacrílico y mezclas de los mismos, tal como un monómero seleccionado entre dimetacrilato de 1,4-butanodiol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol y mezclas de los mismos, y

30 iii) entre un 0,5 % y un 10 %, preferentemente entre un 0,5 % y un 5 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es metacriloxipropiltrimetoxisilano y/o metacriloxipropiltriethoxisilano.

Por ejemplo, la cubierta comprende, en forma polimerizada, una mezcla que incluye, preferentemente que consiste en:

35 i) entre un 20 % y un 70 %, tal como entre un 30 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es una combinación de:

- ia) entre un 70 % y un 100 % en peso con respecto al peso de la combinación de metacrilato 2-hidroxietilo;
- 40 ib) entre un 0 % y un 30 % en peso con respecto al peso de la combinación de un éster de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> lineal o ramificado del ácido metacrílico tal como metacrilato metilo y/o etilo;
- ic) entre un 0 % y un 5 % en peso con respecto al peso de la combinación de ácido metacrílico y/o cloruro de 3-(metacriloilamino)propil]trimetilamonio;

45 ii) entre un 20 % y un 70 %, tal como entre un 30 % y un 60 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que se selecciona de un di- o poliéster de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido metacrílico, una di- o poliamida de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido metacrílico y mezclas de los mismos, tal como un monómero seleccionado entre dimetacrilato de 1,4-butanodiol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol y mezclas de los mismos, y

50 iii) entre un 0,5 % y un 10 %, tal como entre un 0,5 % y un 5 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es metacriloxipropiltrimetoxisilano y/o metacriloxipropiltriethoxisilano.

La mezcla puede consistir en los compuestos (I) a (III) como se define en el presente documento, lo que significa que las cantidades combinadas de los compuestos (I) a (III) hacen un 100 % del peso de la mezcla.

55 La mezcla puede estar sustancialmente libre de monómeros monoetilénicamente insaturados distintos de los compuestos (I) y (III) como se define en el presente documento.

60 La mezcla puede estar sustancialmente libre de monómero polietilénicamente insaturados distintos del compuesto (II) como se define en el presente documento.

La mezcla puede estar sustancialmente libre de uno o más de:

- monómeros, tales como ácido acrílico, que contienen grupos ácido carboxílico (-COOH) y/o grupos amino
- 65 primario o secundario, en cualquier forma neutra o ionizada;
- monoésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico;

- ésteres de poli alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> (por ejemplo, di-, tri-, tetra- o penta) del ácido acrílico (agentes de reticulación);
  - monómeros que contienen un grupo anhídrido de carboxilo (por ejemplo, un monómero que contiene anhídridos intermoleculares simétricos como asimétricos de ácidos monocarboxílicos monoetilénicamente insaturados que tienen de 3 a 20 átomos de carbono);
- 5 - monómeros que contienen grupo alquilenbis(met)acrilamida (por ejemplo alquilen C<sub>1-18</sub> bis(met)acrilamidas N,N'-sin sustituir o alquilen C<sub>1-18</sub> bis(met)acrilamidas N,N'-sustituidas lineales o cíclicas en las que los sustituyentes se seleccionan de alquilo C<sub>1-8</sub>, hidroxialquilo C<sub>1-8</sub>, o polioxo(C<sub>1-4</sub>)alquilenos de 2 a 500 unidades de alquilenos o los sustituyentes alquilo junto con los átomos de nitrógeno a los que están unidos forman un anillo de 5 a 8 miembros).
- 10 La mezcla está preferentemente sustancialmente libre de monoésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico y/o poliésteres de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico. Por ejemplo, es preferido que la mezcla esté sustancialmente libre de ácido acrílico, monoésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico, poliésteres de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico y poliamidas de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico. Por ejemplo, la mezcla puede estar sustancialmente libre de ácido acrílico y/o metacrílico, d monoésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico, poliésteres de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido acrílico y poliamidas de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico.

En la presente divulgación, y a menos que se indique de otro modo, sustancialmente libres se refiere a menos de un 5 % tal como menos de un 1 %, por ejemplo un 0 % en peso con respecto al peso de la mezcla.

- 20 La composición de perfume incluye una fragancia, es decir, un material por lo general olfativamente activo (es decir, aromático) pero que no necesariamente proporciona un olor agradable.

La composición de perfume puede representar al menos un 50 %, tal como al menos un 60 % en peso del peso de la suspensión seca. La composición de perfume puede representar hasta un 90 %, tal como hasta un 80 % en peso del peso de la suspensión seca. A menos que se indique de otro modo, la suspensión seca se refiere tal producto que se quedó tener sometiendo una suspensión de microcápsula, como se define a continuación, al método de medida del contenido sólido como se discute en los ejemplos.

30 La composición de perfume divulgada en el presente documento puede incluir, tal como consistir en, una fragancia, o también puede incluir un disolvente y/o un agente beneficioso aceptables para perfumería. Por ejemplo, la fragancia puede representar al menos un 40 %, tal como al menos un 60 %, por ejemplo al menos un 80 %, tal como al menos un 90 % en peso con respecto al peso de la composición de perfume. El equilibrio de la composición de perfume se puede representar con disolventes y/o agentes beneficiosos aceptables para perfumería como se define a continuación.

35 La fragancia puede consistir en una sola molécula, por lo general orgánica, o una mezcla de distintas moléculas. En lo sucesivo en el presente documento con estas moléculas también se denominarán "moléculas de perfumería". Algunas fragancias usadas habitualmente en el campo de la perfumería y adecuadas para los fines de la presente divulgación se describen con más detalle en S. Arctander, Perfume Flavors and Chemicals 1969, Vols. I y II, Montclair, N.J y en Allured's Flavor and Fragrance Materials 2007 ISBN 978-1-93263326-9 publicado por Allured Publishing Corp. El término fragancia comprende fragancias tanto de origen natural así como sintéticas conocidas por su uso en perfumes. Las moléculas usadas en perfumería presentan de forma ventajosa una volatilidad/hidrofobia equilibrada con el fin de que sean olfativamente perfectibles cuando las microcápsulas las liberan pero también lo suficientemente insolubles en agua para ser emulsionadas durante la encapsulación.

45 La composición de perfume puede comprender al menos dos, tal como al menos cuatro, o al menos ocho fragancias distintas.

50 Por ejemplo una fragancia puede comprender al menos dos moléculas de perfumería distintas cuya combinación no presenta una transición de fase de sólido-líquido a una temperatura comprendida entre -20 °C y 120 °C.

55 Una fragancia puede comprender una o más moléculas de perfumería distintas cada una de las cuales tiene un peso molecular superior a 100, preferentemente superior a 125 e inferior a 325, preferentemente inferior a 300, más preferentemente inferior a 275. Una fragancia puede comprender una o más moléculas de perfumería distintas cada una con un punto de ebullición comprendido entre aproximadamente 80 °C y 400 °C, tal como entre aproximadamente 100 °C y 350 °C cuando se mide a 101,32 kPa. Es preferido que las moléculas de perfumería tengan una solubilidad en agua inferior a 1,5 g/100 ml a 20 °C. Por ejemplo como es posible que una fragancia de acuerdo con la presente divulgación contenga al menos un 80 % en peso con respecto al peso de la fragancia de una molécula de perfumería como se ha definido anteriormente. Por ejemplo, al menos un 90 % en peso con respecto al peso de todas las moléculas de perfumería presentes en la fragancia se puede representar con una o más moléculas de perfumería que tengan una solubilidad en agua a 20 °C comprendida entre 0,0005 g/100 ml, tal como 0,002 g/100 ml, y 1 g/100 ml.

65 En condiciones que se pueden encontrar durante la polimerización por radicales libres en suspensión convencional, se ha encontrado que ciertas fragancias usadas normalmente favorecen una formación insatisfactoria de partículas de látex y/o una formación de cubierta de cápsula imperfecta. Se ha encontrado que el uso combinado de partículas

coloidales sólidas y un compuesto de silano como se define en el presente documento reduce ambos efectos no deseados permitiendo de ese modo una encapsulación satisfactoria de muchas fragancias usadas normalmente. Esto también da como resultado la consecución de la formación de una cubierta de microcápsula también satisfactoria (por ejemplo, dotada de un aumento de la resistencia física) y por último con una reducción de la filtración de la microcápsula final.

Por ejemplo, se han encontrado algunas ventajas cuando la fragancia (por la mezcla de fragancias) incluida en la composición de perfume es tal que una microcápsula que comprende dicha composición de perfume tiene una proporción de expansión superior a aproximadamente 1,3, por ejemplo superior a aproximadamente 1,3 e inferior a 5 cuando se obtiene de acuerdo con el procedimiento de preparación de ensayo de la fragancia, estando en los presentes ejemplos la proporción de expansión y el procedimiento de preparación.

El protocolo mencionado anteriormente (en el que no se usa ningún compuesto (III) como se define en el presente documento) se puede seguir fácilmente y el resultado se puede verificar de forma directa y positiva.

Con referencias a los ejemplos incluidos en el presente documento, se pueden obtener microcápsulas que muestran una proporción de expansión que entra dentro del intervalo mencionado anteriormente cuando se encapsulan fragancias que incluyen una o más de las siguientes moléculas de perfumería: Cyclacet (CAS n.º 54830-99-8), Iso E super (CAS n.º 54464-57-2 166090-45-5), heptoato de alilo (CAS n.º 142-19-8), delta damascona (CAS n.º 57378-68-4), linalool (CAS n.º 7870-6), acetato de linalilo (CAS n.º 115-95-7), pineno beta (CAS n.º 127-91-3), citral (CAS n.º 5392-40-5), dihidromircenol (CAS n.º 18479-58-8), geraniol (CAS n.º 106-24-1), aceite de pachulí desionizado natural (proveedor: Reynaud™, CAS n.º 84238-39-1), (E,Z)-2,6-nonadien-1-ol (CAS n.º 28069-72-9), damascenona (CAS n.º 23726-93-4), isofreshal (CAS n.º 68259-31-4), vanitropa (CAS n.º 94-86-0), salicilato de bencilo (CAS n.º 118-58-1), triplal (CAS n.º 27939-60-2), caproato de alilo (CAS n.º 123-68-2), isoclocitral (CAS n.º 1335-66-6), galbascona BHT (CAS n.º 56973-85-4, 128-37-0) (Proveedor: IFF), ambretón (CAS n.º 37609-25-9) y karanal (CAS n.º 117933-89-8).

Es conveniente que las fragancias para incorporación en una composición de perfume como se divulga en el presente documento se puedan seleccionar de modo que la composición de perfume contenga menos de un 25 %, tal como menos de un 15 %, por ejemplo menos de un 5 % en peso de una molécula de perfumería seleccionada entre el grupo que consiste en limoneno (CAS n.º 5989-27-5), carvona (CAS n.º 99-49-0, 2244-16-8), safranato de etilo (CAS n.º 35044-57-6), mirceno (CAS n.º 123-35-3), mircenol (CAS n.º 543-39-5), acetato de mircenilo (CAS n.º 1118-39-4), eugenol (CAS n.º 97-53-0), acetato de eugenilo (CAS n.º 93-28-7), chavicol (CAS n.º 501-92-8), estragol (CAS n.º 140-67-0), anetol (CAS n.º 104-46-1), y mezclas de los mismos.

La composición de perfume también puede incluir un disolvente aceptable en perfumería. Algunos disolventes se usan convencionalmente en la industria de fragancias para diluir ingredientes olfativamente potentes y para facilitar la manipulación de ingredientes sólidos mediante su disolución y manipulándolos como líquidos, o simplemente como un diluyente para reducir el coste general de la fragancia por unidad de peso. Por lo general con algunos disolventes adecuados son disolventes inmiscibles en agua, por ejemplo disolventes que tienen una solubilidad en agua inferior a 10 g/l. Algunos ejemplos de disolventes aceptables en perfumería son disolventes de hidrocarburos insolubles en agua (tales como la familia Isopar® de ExxonMobil), benzoato de bencilo, miristato de isopropilo, adipatos de dialquilo, ésteres de citrato (tal como citrato de acetilo y trietilo y citrato de acetilo y tributilo) y ftalato de dietilo. Si estuvieran presentes, algunos disolventes miscibles en agua (por ejemplo disolventes con una solubilidad en agua superior a 10 g/100 ml), tales como propilenglicol, dipropilenglicol, y butilenglicoles se deberían dosificar preferentemente a un nivel tan bajo como fuera posible.

La composición de perfume también puede incluir agentes beneficiosos. Algunos agentes beneficiosos por lo general son materiales que se pueden emulsionar que tienen origen sintético o natural y que pueden sobrevivir al almacenamiento para proporcionar un beneficio mediante el uso de un producto que contiene las microcápsulas, tal como productos para el cuidado del hogar, cuidado personal o cosméticos. Algunos ejemplos de agentes beneficiosos son:

- agentes que suprimen o reducen el mal olor y su percepción mediante adsorción del olor tal como ricinoleato de cinc,
- agentes que mejoran las propiedades fisicoquímicas de la microcápsula tales como octa-acetato de sacarosa o hexabutirato di-acetato de sacarosa,
- agentes de gelificación tales como ácidos grasos de hidroxilo o la gama de materiales Sylvaclear™ disponibles en Arizona Chemicals,
- agentes que proporcionan un efecto de calentamiento o enfriamiento tales como ciclohexano carboxamida N-etil-5-metil-2-(1-metiletilo); N 2,3-trimetil-2-isopropilbutamida; lactato de mentilo; (-)-mentoxipropano 1,2-diol,
- repelentes de insectos tales como propionato de etilbutilacetilamino; N,N-dietil toluamida; ácido 1-piperidincarboxílico; éster de 2-(2-hidroxietil)-1-metilpropilo; p-mentano-3,8-diol,
- agentes antimicrobianos tales como el compuesto Triclosan™ que tiene un CAS n.º 3380-34-5, o los ésteres de para hidroxilo benzoato de metilo, etilo, propilo y butilo,
- absorbentes de UV tales como octilo metoxicinamato, butilmetoxidibenzoilmetano, y bis

etilhexiloxifenolmetoxifeniltriazina.

Las microcápsulas se pueden preparar usando una serie de métodos convencionales conocidos tales como coacervación, polimerización interfacial, polimerización por radicales libres, o policondensación. Estas técnicas se conocen bien, véanse, por ejemplo, los documentos US 3516941, US 4520142, US 4528226, US 4681806, US 4145184; GB-A-2073132; WO 99/17871; y MICROENCAPSULATION Methods and Industrial Applications Editado por by Benita y Simon (Marcel Dekker, Inc. 1996).

De forma ventajosa, las microcápsulas divulgadas en el presente documento se preparan mediante polimerización por radicales libres en suspensión (es decir, una polimerización por radicales libres en la que la polimerización se desencadena dentro de la fase oleosa). Por consiguiente, la presente divulgación divulga un proceso de polimerización por radicales libres en suspensión para la preparación de una microcápsula como se ha definido anteriormente, que incluye las siguientes etapas:

a) proporcionar una emulsión de aceite en agua que tiene una fase oleosa y una fase acuosa, pudiéndose obtener dicha emulsión por mezcla de:

- partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$ ,
- un iniciador de la polimerización soluble en aceite,
- una composición de perfume que incluye una fragancia,
- una mezcla como se ha definido anteriormente, y
- un coloide protector,

b) desencadenar la polimerización dentro de la fase oleosa de la emulsión obtenida en la etapa a),

c) dejar que la polimerización se propague obteniendo de ese modo microcápsulas.

Las etapas a) a c) se pueden realizar en el orden en el que se presentan. Las etapas a) y b) se pueden realizar de acuerdo con un orden de tiempo separado o secuencial. En efecto, dado que la emulsión divulgada en el presente documento es un emulsión de Pickering, ésta está dotada con una suficiente estabilidad con el fin de que se pueda obtener (en la etapa a)) y a continuación se pueda evolucionar de forma secuencial a la etapa b) o se pueda almacenar. En el último caso, la etapa b) se puede realizar en la misma posición en una posición diferente (por ejemplo reactor) cuando la etapa a) se realiza y/o en un momento separado con respecto a la etapa a). Por consiguiente, la emulsión que se puede obtener al final de la etapa a) se puede, si se desea, aislar y/o transferir físicamente.

Aunque no hay intención de quedar ligado a teoría alguna, se cree que los efectos ventajosos divulgados en el presente documento en relación a la polimerización interfacial, formación de látex, resistencia física de la cubierta de la cápsula y filtración de la cápsula provienen de una interacción química entre el compuesto de silano y las partículas coloidales sólidas que conduce a la creación de una nueva entidad física colocada en la superficie de contacto de las bases de la emulsión de aceite en agua.

Las microcápsulas se preparan de forma conveniente a través de una etapa de polimerización. La polimerización puede ser una polimerización de radicales o polimerización viva de radicales convencionales. Tales procesos de polimerización de radicales son conocidos por las personas expertas en la materia y se describen adicionalmente por ejemplo en Moad, Graeme; Solomon, David H.; *The Chemistry of Radical Polymerization*, 2ª ed.; Elsevier, 2006.

Una discusión de polimerización viva de radicales, se puede encontrar por ejemplo en Braunecker, Wade A.; Matyjaszewski, Krzysztof; "Controlled/Living Radical Polymerization: Features, Developments, and Perspectives"; *Progress in Polymer Science* 2007, Volumen 32, Tema 1, Páginas 93-146.

Los monómeros de la mezcla son como se han definido anteriormente. Estos se pesan y se mezclan con el fin de obtener una mezcla de monómeros como se ha definido anteriormente. A continuación con esta mezcla se usa en la preparación de la emulsión de aceite en agua.

Un emulsión de aceite en agua (etapa a) del proceso) se puede preparar mezclando y disolviendo los ingredientes solubles en aceite en una solución homogénea a la vez que se mezclan y se disuelven por separado los ingredientes solubles en agua en una solución homogénea. Las partículas coloidales sólidas por lo general se mezclan con la solución acuosa. Se puede obtener una emulsión por mezcla, por ejemplo, con una mezcladora de alto cizallamiento y durante un período de tiempo suficiente para que las dos soluciones creen una emulsión estable de un tamaño de partícula deseado. Al mismo tiempo, la emulsión se puede purgar con nitrógeno u otro gas inerte. Una vez que se ha retirado del aire, la polimerización se puede inducir con calor (etapa b)) elevando la temperatura. El aumento de temperatura y la tasa de temperatura exactos se determinan con el iniciador o la combinación de iniciadores a usar. Algunas temperaturas de polimerización habituales están entre 40 °C y 90 °C. La tasa de polimerización se puede controlar de una manera conocida mediante la elección apropiada de la temperatura y la cantidad de iniciador de la polimerización para los monómeros y el iniciador en particular en un experimento. Una vez que la temperatura de

polimerización se ha alcanzado, la polimerización continúa (etapa c)) durante un periodo de tiempo adicional, por ejemplo de 2 a 6 horas, para completar la reacción de los monómeros.

5 Por ejemplo, la solución homogénea oleosa puede incluir el iniciador, la composición de perfume y la mezcla (monomérica) mientras que la solución homogénea acuosa puede incluir el coloide en partículas. Un agente emulgente (por ejemplo un coloide protector) se puede añadir después de crear una emulsión estable para estabilizar adicionalmente la emulsión de aceite en agua después de desencadenar la polimerización.

10 Algunos iniciadores solubles en agua se pueden añadir posteriormente en la polimerización para reducir el nivel de compuestos (I) a (III) residuales. Algunos compuestos (I) a (III) adicionales se pueden añadir durante el transcurso de la reacción para controlar la dosificación. Algunas sales se pueden añadir por ejemplo para tamponar el pH.

15 La emulsión incluye un iniciador de la polimerización soluble en aceite, por lo tanto adecuado para realizar polimerización en suspensión. Un iniciador soluble en agua se puede añadir opcionalmente como se ha divulgado anteriormente. Algunos radicales se pueden generar mediante descomposición térmica de compuestos tales como compuestos peroxi y azo, o mediante fotólisis con radiación UV o mediante reacciones redox. Algunos ejemplos de iniciadores solubles en aceite son:

- 20 - iniciador de la polimerización térmico soluble en aceite, y/o
- iniciador de la fotopolimerización soluble en aceite, y/o
- iniciador redox soluble en aceite que incluye un par reductor/oxidante que genera radicales.

25 Algunos iniciadores de la polimerización térmicos solubles en aceite pueden estar presentes en una cantidad comprendida entre un 0,1 % y un 5 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla. Algunos ejemplos de iniciador de la polimerización térmicos solubles en aceite son:

- peróxido de dilauroilo,
- peróxido de benzoilo,
- 30  $\alpha, \alpha'$ -azoisobutironitrilo,
- 2,2'-azobis(2,4-dimetil valeronitrilo),
- 2,2'-azobis(2-metilpropionato) de dimetilo,
- 1,1'-azo-bis-1-Ciclohexanenitrilo,
- peróxido de di-terc-butilo (CAS n.º 75-91-2),
- 35 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano],
- 2,2'-azobis[2-metil-N-(2-hidroxi-etil)propionamida], y
- mezclas de los mismos.

40 Algunos iniciadores de la fotopolimerización solubles en aceite pueden estar presentes en una cantidad comprendida entre un 0,5 % y un 5 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III). Algunos ejemplos de iniciador de la fotopolimerización soluble en aceite son:

- alfa hidroxil cetonas,
- alfa amino cetonas,
- 45 compuestos de alfa y beta naftil carbonilo,
- benzoin éteres tales como benzoin metil éteres,
- benzofenona,
- acetofenona,
- benzaldehído,
- xantona,
- 50 9,10-antraquinona,
- 1-hidroxi-ciclohexil-fenil-cetona (Irgacure™ 184), y
- mezclas de los mismos.

55 Algunos ejemplos adecuados de iniciadores solubles en agua que se pueden usar como se ha divulgado anteriormente son:

- Diclorhidrato de 2,2'-azobis[2-(2-imidazolin-2-il)propano] (CAS n.º 27776-21-2),
- Diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-metilpropionamida) (CAS n.º 2997-92-4),
- Hidrato de 2,2'-azobis[N-(2-carboxietil)-2-metilpropionamida] (CAS n.º 291314-39-1),
- 60 sales del ácido peroxodisulfúrico tales como persulfato sulfato (CAS n.º 7775-27-1), persulfato potásico (CAS n.º 7727-21-1), persulfato de amonio (CAS n.º 7727-54-0),
- iniciadores redox en los que en el par reductor/oxidante que genera radicales:

65 el agente oxidante se puede seleccionar entre sales del ácido peroxodisulfúrico tales como persulfato sódico, persulfato potásico, persulfato de amonio, hidroperóxido de cumeno (CAS n.º 80-15-9), hidroperóxido de terc-butilo (CAS n.º 75-91-2), y peróxido de hidrógeno (CAS n.º 7722-84-1), y

el agente reductor se puede seleccionar entre sulfito sódico (CAS n.º 7757-83-7), metabisulfito sódico (CAS n.º 7681- 57-4), ácido ascórbico (CAS n.º 50-81-7), ditionito sódico (CAS n.º 7775-14-6), y sales ferrosas y de cobre.

5 Algunos coloides y/o tensioactivos protectores se usan convencionalmente en polimerización en emulsión y en polimerización en suspensión para estabilizar emulsiones de aceite en agua creadas mediante agitación mecánica a la vez que se produce la polimerización.

Un coloide protector adecuado tiene un peso molecular medio comprendido entre 500 y 1.000.000 g/mol, por ejemplo entre 1.000 y 500.000 g/mol.

10 Algunos coloides protectores poliméricos miscibles en agua adecuados son:

- derivados de celulosa tales como hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y metilcelulosa,
- polivinilpirrolidona,
- 15 - copolímeros de N-vinilpirrolidona,
- alcoholes de polivinilo que se pueden obtener mediante hidrólisis completas o parciales de acetatos de polivinilo,
- ácido poliacrílico y/o polimetacrílico,
- copolímeros del ácido acrílico y ácido metacrílico,
- coloides iónicos tales como polímeros solubles en agua que contienen grupo ácido sulfónico (por ejemplo, ácidos
- 20 2-acrilamido-2-alquilsulfónico y estireno sulfónico), y
- mezclas de los mismos.

De forma ventajosa, el coloide protector es un coloide protector soluble en agua. Preferentemente, esto significa que el coloide tiene una solubilidad en agua de al menos 5 g/l a 20 °C.

25 De forma ventajosa, el coloide protector incluye al menos un alcohol de polivinilo (PVA), tal como un PVA que se puede obtener a partir de hidrólisis completas o parciales de acetatos de polivinilo.

30 El coloide protector puede estar presente en una cantidad comprendida entre un 0,1 % y un 10 % en peso con respecto al peso de la fase acuosa de la emulsión de aceite en agua.

La etapa b) incluye la inducción de la descomposición del iniciador de la polimerización. La polimerización se inicia en la fase oleosa de la emulsión. La etapa b) puede comprender:

- 35 - someter la emulsión de aceite en agua a calor, y/o
- someter la emulsión de aceite en agua a luz UV.

40 Las microcápsulas de la invención también pueden comprender en su superficie (por ejemplo, injertado en la superficie) adyuvantes de deposición, es decir, adyuvantes que tienen como objetivo optimizar la deposición de la microcápsula en el sustrato pretendido (algunos ejemplos de sustratos son pelo, piel y tejidos tales como algodón). Algunos ejemplos y uso de adyuvantes de deposición en microcápsulas se divulgan por ejemplo en los documentos EP 21558474, EP 1572767, EP 2188364 y EP 1019478.

45 El adyuvante de deposición puede estar presente en una cantidad comprendida entre un 0,1 % y un 10 % en peso con respecto al peso seco de una microcápsula.

50 El adyuvante de deposición puede ser un adyuvante de deposición polimérico. Algunos ejemplos pueden ser polímeros sintéticos o naturales o combinaciones de los mismos (por ejemplo, a través de modificación química parcial de polímeros naturales).

El adyuvante de deposición puede ser un péptido, una proteína, o un derivado químico de los mismos, proporcionando una unión a los sustratos pretendidos. Por ejemplo, algunas celulasas se unen al algodón mientras que algunas proteasas se unen a la lana, seda o pelo.

55 El adyuvante de deposición puede ser un polisacárido o un derivado químico del mismo. El polisacárido tiene preferentemente una estructura principal unidad en [beta]-1,4. Algunos ejemplos de polisacáridos son celulosa, un derivado de celulosa, u otro polisacárido unido en [beta]-1,4 que se una a la celulosa, tal como polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano y poligalactomanano o mezclas de los mismos. Por ejemplo, el polisacárido se selecciona del grupo que consiste en polixiloglucano y poligalactomanano. Algunos polisacáridos

60 altamente preferidos se seleccionan de goma de algarrobo, goma de tamarindo, xiloglucano, goma guar no iónica, almidón catiónico y mezclas de los mismos. Por ejemplo, el adyuvante de deposición es goma de algarrobo, o derivados químicos de la misma.

65 En una realización, el proceso divulgado en el presente documento puede incluir una etapa d) a realizar después de la etapa c) y que incluye la unión de un adyuvante de deposición a las microcápsulas. El adyuvante de deposición se puede adsorber a la cubierta de la microcápsula o se puede unir física y/o químicamente a la cubierta de la



microcápsula. La adsorción (es decir, unión física) del adyuvante de deposición a la cubierta de la microcápsula ya formada puede depender de la unión de hidrógeno, atracción de Van Der Waals o electrostática entre el adyuvante de deposición y la microcápsula. Por lo tanto, el adyuvante de deposición es externo a la micropartícula y no está, hasta un punto significativo, dentro de la cubierta y/o dentro del núcleo de la microcápsula.

5 Como alternativa, un adyuvante de deposición puede formar parte de la emulsión proporcionada en la etapa a). En este caso, el adyuvante de deposición será una parte integral de la cubierta de la microcápsula. Esta situación se conoce como "entrelazamiento". Como se usa en el presente documento, por entrelazamiento se hace referencia a que el adyuvante de deposición está parcialmente escondido dentro del interior de la microcápsula. Esto se obtiene mediante la adición del el adyuvante de deposición a la emulsión por ejemplo antes de que se desencadena la polimerización. Dejando que la polimerización se propague, parte del adyuvante de deposición permanece atrapado y unido en el polímero que se extiende que formará la cubierta de la microcápsula mientras que el resto es libre para extenderse en la fase acuosa de la emulsión. De esta manera, el adyuvante de deposición está expuesto solo parcialmente en la superficie de la microcápsula.

15 En un aspecto, la presente divulgación desde la una dispersión de base acuosa que comprende una microcápsula como se ha definido anteriormente, por ejemplo una pluralidad de microcápsulas como se ha definido anteriormente (también denominada "suspensión" o "dispersión de suspensión").

20 La dispersión de base acuosa se puede obtener mediante un proceso de polimerización por radicales libres en suspensión como se ha divulgado anteriormente.

25 La dispersión de base acuosa está sustancialmente libre de partículas de látex. En este contexto se entiende que "sustancialmente libre" significa que la dispersión puede contener hasta un 5 % en volumen de partículas de látex basándose en el volumen total de la fase dispersa (fase dispersa = microcápsulas+ partículas de látex).

30 La dispersión se puede usar de forma conveniente para preparar por ejemplo productos líquidos que se discutirán posteriormente en la presente divulgación. Por lo tanto, la suspensión funciona como un fluido concentrado que se añade a los productos líquidos. Dado que este proceso conlleva una dilución sustancial de los componentes de la suspensión, las microcápsulas están contenidas en la suspensión en cantidades que son superiores a las de la cantidad diana en los productos finales. Por estas razones, la dispersión puede contener microcápsulas en cantidades de al menos un 30 %, tal como al menos un 40 %, o al menos un 50 %, o al menos un 60 %, en peso con respecto al peso de la dispersión (en la que el porcentaje se calcula en la dispersión seca).

35 La suspensión también se puede usar de forma conveniente como un medio de almacenamiento para las microcápsulas de la invención. En el caso de que las microcápsulas se almacenen en forma de suspensión de base acuosa pero sin agua (o una cantidad limitada de agua) que esté presente en el producto final, la suspensión se puede secar por pulverización y las microcápsulas secadas por pulverización se añaden a continuación al producto final pretendido.

40 La presente divulgación divulga un producto que comprende una microcápsula como se ha definido anteriormente. El producto puede ser un producto de bienes de consumo no ingerible, un limpiador de hogar o un producto del lavado, un producto para el cuidado personal o un producto cosmético.

45 De forma conveniente, las microcápsulas divulgadas en el presente documento y obtenidas usando una mezcla que incluye monómeros (la), el producto es líquido a temperatura ambiente y tiene un pH comprendido entre 2 y 12, por ejemplo superior a 4 el inferior a 12.

50 A menos que se indique de otro modo, no comestible significa no destinado a la ingesta por seres humanos o animales. Esto incluye productos no alimentarios que se pueden tragar de forma accidental durante el uso normal. En particular, dentro de la definición de productos no comestibles están incluidos productos para cuidado dental y oral, tales como pastas dentífricas, enjuagues bucales y bálsamo salariales que aunque no están destinados a su ingesta sin embargo pueden entrar de forma accidental en el tracto gastrointestinal.

55 Los expertos en la materia conocen bien las formulaciones e ingredientes de productos líquidos para cuidado del hogar, lavado, cuidado personal y cosmético en el que las microcápsulas de la invención se pueden usar, y se puede hacer referencia a los siguientes trabajos:

- Formulating Detergents and Personal Care Products A guide to Product Development de L Ho Tan Tai, ISBN 1-893997-10-3 publicado por AOCS Press
- Volumen 67 de Surfactant Science Series Liquid Detergents ISBN 0-8247-9391-9 (Marcel Dekker Inc),
- Harry's Cosmeticology publicado por CHS Press 8ª Edn. 2000 ISBN 0820603724.

65 Los productos para el cuidado personal y cosméticos pueden incluir productos que se pueden aplicar a la piel, pelo y uñas ya sea como producto de permanencia o de aclarado. Algunos productos para el cuidado personal y cosméticos incluyen polvos, cremas, emulsiones, lociones, geles y aceites para la piel (cara, manos, pies, etc),

5 bases teñidas (líquidos y pastas) y tejidos impregnados con líquido; productos para aplicar y retirar el maquillaje de la cara y los ojos; productos para el cuidado del cabello que incluyen tintes y decolorantes capilares; productos para ondulado, alisado, preparación y fijación del cabello; productos de afeitado incluyendo cremas, espumas, mousses y productos para depilación; productos para tomar el sol y productos para broncearse sin sol; productos desodorantes y antitranspirantes.

10 De forma ventajosa, un producto para el cuidado personal o cosmético se selecciona del grupo que consiste en un adyuvante del afeitado, un champú, un producto acondicionador del cabello, un producto para el cuidado de la piel, un producto de limpieza o de lavado de la piel (tal como producto de limpieza o lavado de la piel para aclarar), un tejido húmedo y un aerosol corporal, desodorante o antitranspirante.

15 Los adyuvantes del afeitado incluyen de forma específica espumas, geles, cremas y barras (por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos de patente US 7.069.658, US 6.944.952, US 6.594.904, US 6.182.365, US 6.185.822, US 6.298.558 y US 5.113.585).

20 Los champús y acondicionadores del cabello incluyen de forma específica champús de dos en uno y champús formulados especialmente para cabello seco o graso o que contienen aditivos tales como agentes anticasca. Algunos acondicionadores del cabello se pueden aclarar o acondicionadores que se dejan en el cabello también incluyen tónicos capilares, decolorantes colorantes, productos de fijación y peinado. Por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos de patente US 6.162.423, US 5.968.286, US 5.935.561, US 5.932.203, US 5.837.661, US 5.776.443, US 5.756.436, US 5.661.118, US 5.618.523.

25 Los productos para el cuidado que se dejan en la piel comprenden productos para lavado de la piel, tejidos húmedos, aerosoles corporales, desodorantes y antitranspirantes.

Los productos para el lavado de la piel incluyen de forma específica jabones en barra para belleza e higiene, geles de ducha, jabones líquidos, lavados corporales, geles y pastas exfoliantes (por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos de patente US 3.697.644; US 4.065.398; US 4.387.040).

30 Los tejidos húmedos (toallitas) incluyen de forma específica en toallitas para limpieza de la piel, toallitas para bebés, toallitas para retirada del maquillaje y toallitas para refrescar la piel (por ejemplo, se fue hace referencia a los documentos de patente US 4.775.582; WO 02/07701; WO 2007/069214 y WO 95/16474).

35 Los aerosoles corporales, desodorantes y antitranspirantes incluyen de forma específica barras, aplicadores de líquido en roll-on y aerosoles presurizados.

Algunos ejemplos de limpiadores para el hogar y productos de lavado son:

- 40 - limpiadores de superficies duras tales como limpiadores para suelos, superficies de trabajo sólidas, superficies de cerámica, lavado de vajilla a mano o a máquina y espejos y cristal,  
 - tratamientos de mobiliario blandos tales como limpiadores líquidos y productos para refrescar tales como agentes para tratamiento del olor tal como por ejemplo Febreze® (P&G),  
 45 - detergentes de lavado en polvo, pastillas y barras de detergente, detergentes líquidos para lavado que incluyen líquidos industriales ligeros, líquidos industriales pesados, detergentes líquidos concentrados, líquidos para lavado no acuosos o poco acuosos y limpiadores más especializados para lana o prendas oscuras,  
 - suavizantes de tejido y tratamientos para antes y después del lavado tales como láminas para la secadora, aguas para planchado y aditivos de lavado.

50 De forma ventajosa, un producto de lavado se selecciona del grupo que consiste en un suavizante de tejido, un acondicionador de tejido y un detergente para lavado.

55 Los limpiadores domésticos pueden estar en forma de limpiadores en crema, limpiadores líquidos isotrópicos, limpiadores en aerosol y toallitas de limpieza de superficies humedecidas previamente (por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos WO 91/08283, EP 743280, WO 96/34938, WO 01/23510, y WO 99/28428).

60 Los suavizantes y acondicionadores de tejidos incluyen de forma específica tanto suavizantes líquidos de concentración activa (por ejemplo de un 2 % a un 8 % en peso de suavizante en el producto) y suavizantes líquidos de concentración activa concentrados (por ejemplo de un 10 % a un 40 % en peso de suavizante en el producto) así como acondicionadores de tejido que pueden contener ingredientes para proteger los colores o la forma y el aspecto de la prenda (por ejemplo, se puede hacer referencia a los documentos US 6.335.315, US 5.674.832, US 5.759.990, US 5.877.145, US 5.574.179).

65 Los detergentes de lavado, en particular detergentes líquidos de lavado, incluyen de forma específica detergentes líquidos industriales ligeros y detergentes líquidos industriales pesados que pueden ser líquidos polifásicos o isotrópicos estructurados y que pueden ser líquidos acuosos o no acuosos. Estos líquidos pueden estar en botellas o bolsitas de dosis unitarias y pueden contener opcionalmente agentes blanqueadores o enzimáticos (por ejemplo, se

puede hacer referencia a los documentos US 5.929.022, US 5.916.862, US 5.731.278, US 5.470.507, US 5.466.802, US 5.460.752, y US 5.458.810).

5 Los productos divulgados en el presente documento pueden contener agua y/o material de superficie activa, ya sea como un emulsionante, si el producto es una emulsión, o como un material activo detergente si el producto tiene algún tipo de función de limpieza. En ciertas realizaciones, la concentración del material de superficie activa en el producto está dentro del intervalo de un 0,1-60 % en peso; por lo general, el nivel de material de superficie activa será de un 50 % en peso o inferior; para la mayoría de los productos, el nivel de material de superficie activa será de un 30 % en peso o inferior. Por otro lado, el nivel de material de superficie activa por lo general será de al menos un 10  
10 0,1 % en peso preferentemente superior a un 1,0 % y más preferentemente superior a un 3,0 % en peso. Ciertas formulaciones de productos son sensibles al agua (por ejemplo, formulaciones antitranspirantes, formulaciones desodorantes, líquidos no acuosos envasados en películas de alcohol de polivinilo solubles en agua), y para estas aplicaciones puede ser deseable secar por pulverización las microcápsulas para retira del agua, antes de que las microcápsulas se incorporen en la formulación del producto. Para productos que tienen una función de limpieza es probable que el nivel de la del material de superficie activa sea más elevado, por lo general superior a un 10 % en peso y preferentemente superior a un 15 % en peso. Todos los porcentajes se expresan en peso con respecto al peso del producto.

20 Algunos ejemplos de productos de permanencia que contienen agentes emulgentes son: lociones para las manos y el cuerpo, lociones para retirar el maquillaje, cremas para la piel, productos de protección solar y productos de bronceado sin sol y aerosoles ambientadores domésticos. También se incluyen artículos de fabricación impregnados con líquidos, por ejemplo almohadillas o toallitas impregnadas con lociones para aplicación o retirada del maquillaje, o para aplicar compuestos de protección solar o agentes de bronceado sin sol, para limpieza personal por ejemplo como papel higiénico húmedo o toallitas de bebé.

25 Algunos ejemplos de productos de limpieza personal que contienen detergentes son: champús, geles de lucha, jabones líquidos. Algunos productos de limpieza se pueden considerar productos de permanencia incluso si se usan para limpieza si no hay enjuague o acción de limpieza adicional después de su uso. Las toallitas húmedas para bebés son un ejemplo, aunque para limpiar usan el líquido depositado en la piel que no se elimina mediante aclarado.

30 Las composiciones de cuidado cosmético, de artículos de tocador y cuidado personal sin aclarado descritas en el presente documento pueden contener diversos agentes emulgentes que son útiles para emulsionar los diversos componentes de los productos. Algunos agentes emulgentes adecuados pueden incluir cualquiera de una amplia diversidad de materiales de superficie activa no iónicos, catiónicos, aniónicos, zwitteriónicos como se divulga en publicaciones tales como McCutcheon, Detergents and Emulsifiers, Edición norteamericana (1986), publicado por Allured Publishing Corporation y en la siguientes patentes: U.S. 5.011.681; U.S. 4.421.769; y U.S. 3.755.560.

35 La evidencia experimental muestra que la composición de ciertos productos tales como lociones de ajuste, aguas de colonia, aerosoles de pulverización corporal, espumas capilares, que contienen alcoholes de cadena corta de hidrocarburo puede negar el beneficio proporcionado de forma aproximada por las microcápsulas divulgadas en el presente documento. Por lo tanto, es preferido que los productos no contengan cantidades significativas (por ejemplo superior a un 2,5 % o superior a un 5 %, tal como superior a un 10 %, o superior a 20 % o superior a 50 % o superior a 70 % en peso con respecto al peso del producto) de alcoholes de cadena corta de hidrocarburos tales como alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> a linfáticos (por ejemplo etanol o isopropanol). Sin desear quedar ligado por ninguna teoría, se cree que los alcoholes de cadena corta de hidrocarburo podrían afectar a la integridad de la microcápsula facilitando de este modo la filtración del contenido de perfume.

40 La cantidad de microcápsulas en productos líquidos para el hogar, ropa, cuidado personal y cosméticos puede variar en función de diversos aspectos tales como la concentración deseada de microcápsulas, la proporción de fragancia dentro de la microcápsula y la cantidad de fragancia necesaria para crear el efecto olfativo deseado. Después de eliminar todos los componentes líquidos de un producto determinado (es decir, medido como peso seco) las microcápsulas de la invención pueden estar presentes de un 0,01 a un 10 % en peso, preferentemente entre un 0,05 % y un 2,5 % en peso, más preferentemente de un 0,1 a un 1,25 % en peso Con respecto al peso del producto.  
45 Las microcápsulas se pueden incorporar en los productos por cualquier medio convencional, por lo general como una dispersión líquida con base de agua añadida en una etapa adecuada en el proceso de preparación del producto, pero por lo general después de cualquier etapa de mezclado de alto cizallamiento. Si es líquido a temperatura ambiente, es preferido que el producto en el que se van a añadir las microcápsulas tenga una viscosidad superior a 20 MPas, por ejemplo superior a 100, o superior a 1.000, o incluso superior a 10.000 MPas, cuando se mide a una velocidad del huso baja (por ejemplo 10 rpm). De forma conveniente, el producto muestra reología de fluidificación por cizalladura. Si fuera necesario, la viscosidad se puede ajustar a través de la adición de agentes modificadores de la viscosidad convencionales. Algunos agentes adecuados, así como equipo y condiciones para medir la viscosidad de un producto se discuten en Rheology Modifiers Handbook Practical Uses and Applications de M R Rosen y D Braun publicado por William Andrew Publishing en 2000 con ISBN 978-0-8155-1441-1.

65

Las realizaciones y ventajas adicionales de la presente invención resultarán evidentes para un lector experto a la vista de los ejemplos que se proporcionan a continuación.

Se divulgan dos alternativas para el proceso de preparación general. La alternativa 1 es seguida por mezclas de monómeros que no comprenden monómeros con grupos hidroxilo o monómeros que no se solubilizan en la fragancia. La alternativa 2 es seguida por mezclas de monómeros que comprenden monómeros con grupos hidroxilo y/o monómeros que no se solubilizan en la fragancia. Por "solubilizado en la fragancia", se hace referencia a que la cantidad de monómero considerado está completamente solubilizada en la fragancia, formando una fase monofásica, homogénea y transparente.

#### Proceso de preparación general - alternativa 1

Una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se preparó por adelantado mediante disolución de alcohol de polivinilo, se hidrolizó hasta un 87-89 %,  $P_m = 85000-124000$  g/mol en agua. Se preparó una fase oleosa mezclando primero la fragancia y los monómeros para obtener una fase monofásica, homogénea y transparente. A continuación se añadió el iniciador de la polimerización y la mezcla se agitó hasta disolución completa del iniciador de la polimerización. Se preparó una dispersión de sílice en agua por separado mediante agitación durante 5 min de la sílice Aerosil® R816 y el agua con un pH entre 6,5 y 8,5. La dispersión acuosa contenía 100 mg/l de bicarbonato sódico (hasta tener un pH aproximadamente en el intervalo de 6,5 a 8,5). La fase oleosa y la dispersión de sílice en agua se agitaron en conjunto a 7000 rpm durante 2 min usando una mezcladora de alto cizallamiento (Ystral X 10/20 E3-1050 W equipada con una cabeza Dispermix de 40/54 mm de diámetro). El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la emulsión resultante se determinaron de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación. La emulsión se colocó en un reactor discontinuo equipado con un condensador, un termómetro, una entrada de nitrógeno y un agitador de ancla. Una cantidad conocida de una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se añadió para obtener una concentración de peso total de poli(alcohol vinílico) en la fase acuosa de un 2 % y la mezcla se agitó durante 10 min. Durante todo el proceso, la mezcla se agitó a 250 rpm y se burbujeó nitrógeno a través de la mezcla para retirar el oxígeno. La temperatura se fija primero a una temperatura T1 durante 30 min y a continuación la temperatura aumenta hasta la temperatura T2 en una hora. La mezcla se mantiene a esta temperatura T2 durante 3 horas. Por último, la dispersión de microcápsula resultante se enfrió a temperatura ambiente en 1 hora. El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la en dispersión de microcápsula resultante se determinaron de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación.

#### Proceso de preparación general - alternativa 2

Una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se preparó por adelantado mediante disolución de poli(alcohol vinílico), se hidrolizó hasta un 87-89 %,  $P_m = 85000-124000$  g/mol en agua. Se preparó una fase oleosa mezclando la fragancia y los monómeros que son solubles en la fragancia excepto el monómero con grupos hidroxilo. Se obtuvo una fase monofásica, homogénea y transparente. A continuación se añadió el iniciador de la polimerización y la mezcla se agitó hasta disolución completa del iniciador de la polimerización. Esta mezcla se agitó hasta completa disolución del iniciador de la polimerización. La dispersión acuosa contenía 100 mg/l de bicarbonato sódico (hasta tener un pH aproximadamente en el intervalo de 6,5 a 8,5). En agua, se introdujeron en el siguiente orden: los monómeros con grupos hidroxilo y/o los monómeros neutros que no son solubles en la fragancia, una solución de cloruro de 3-(metacriloilamino)propil]trimetilamonio al 1 % (MAPTAC) en agua y la sílice Aerosil® 200. El peso de la solución de MAPTAC al 1 % en agua representa entre un 0,5 % y un 100 % del peso de sílice. La dispersión se agitó durante 30 min. El intervalo de pH de la dispersión acuosa estaba dentro de un pH de 6,5 a 8,5. La fase oleosa y la dispersión de sílice en agua se agitaron en conjunto a 7000 rpm durante 2 min usando una mezcladora de alto cizallamiento (Ystral X 10/20 E3-1050 W equipada con una cabeza Dispermix de 40/54 mm de diámetro). El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la emulsión resultante se determinaron de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación. La emulsión se colocó en un reactor discontinuo equipado con un condensador, un termómetro, una entrada de nitrógeno y un agitador de ancla. Una cantidad conocida de una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se añadió para obtener una concentración de peso total de poli(alcohol vinílico) en la fase acuosa de un 2,6 % y la mezcla se agitó durante 10 min. Si estuvieran presentes, en esta etapa se pueden añadir monómeros ionizados (que no son solubles en la fragancia). Durante todo el proceso, la mezcla se agitó a 250 rpm y se burbujeó nitrógeno a través de la mezcla para retirar el oxígeno. La temperatura se fija primero a una temperatura T1 durante 30 min y a continuación la temperatura aumenta hasta la temperatura T2 en una hora. La mezcla se mantiene a esta temperatura T2 durante 3 horas. Por último, la dispersión de microcápsula resultante se enfrió a temperatura ambiente en 1 hora. El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la dispersión de microcápsula resultante se determinaron de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación.

#### Procedimiento para preparar el ensayo de filtración

Para evaluar la filtración asociada a la elección de un agente de reticulación específico (monómero (II)) como se divulga en el presente documento, se sigue la siguiente preparación. Una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se prepara por adelantado disolviendo el poli(alcohol vinílico), se hidroliza hasta un 87-89 %,  $P_m = 85000-$

124000 g/mol en agua. Una fase oleosa se prepara mezclando 150 g de la fragancia n.º 5, 21,8 g de ácido metacrílico, 8,7 g de metacrilato de metilo, 24,0 g de agente de reticulación, 2,5 g de metacrilato de 3-trimetoxisilil propilo, 1,5 g de peróxido de lauroilo. La mezcla se agita para obtener una fase monofásica, homogénea y transparente. La dispersión de sílice en agua se prepara por separado mediante agitación durante 5 min 1,25 g de sílice Aerosil® R816, 200 g de agua que contiene 100 mg/l de bicarbonato sódico. La fase oleosa y la dispersión de sílice en agua se agitan en conjunto a 7000 rpm durante 2 min usando una mezcladora de alto cizallamiento (Ystral X 10/20 E3-1050 W equipada con una cabeza Dispermix de 40/54 mm de diámetro). Si se desea, el tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la emulsión resultante se determina de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación. Se colocan 360 g de la emulsión en un reactor discontinuo de 500 ml equipado con un condensador, un termómetro, una entrada de nitrógeno y un agitador de ancla. Se añaden 43 g de una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % y la mezcla se agita durante 10 min. Durante todo el proceso, la mezcla se agita a 250 rpm y se burbujea nitrógeno a través de la mezcla para retirar el oxígeno. La temperatura se fija primero a una temperatura de 25 °C durante 30 min y a continuación la temperatura aumentara hasta la temperatura de 70 °C en una hora. La mezcla se mantiene a 70 °C durante 3 horas. Si se desea, el tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la dispersión de microcápsula resultante se determinan de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación.

#### Procedimiento para preparar el ensayo de fragancia

Para identificar algunas fragancias particularmente ventajosas (o mezclas de las mismas), se sigue el siguiente procedimiento de preparación. Una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % se prepara por adelantado disolviendo el poli(alcohol vinílico), se hidroliza hasta un 87-89 %,  $P_m = 85000-124000$  g/mol en agua. Una fase oleosa se prepara mezclando 150 g de la fragancia a someter a ensayo, 21,8 g de ácido metacrílico, 8,7 g de metacrilato de metilo, 24,0 g de dimetacrilato de 1,4-butanodiol, 1,5 g de peróxido de benzoilo, 75 % en agua. La mezcla se agita para obtener una fase monofásica, homogénea y transparente. Una dispersión de sílice en agua se prepara por separado mediante agitación durante 5 min de 1,25 g de sílice Aerosil® R816, 200 g de agua que contiene 100 mg/l de bicarbonato sódico. La fase oleosa y la dispersión de sílice en agua se agitan en conjunto a 7000 rpm durante 2 min usando una mezcladora de alto cizallamiento (por ejemplo Ystral X 10/20 E3-1050 W equipada con una cabeza Dispermix de 40/54 mm de diámetro). El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la emulsión resultante se determinan de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación. Se colocan 360 g de la emulsión en un reactor discontinuo de 500 ml cerrado herméticamente equipado con un condensador, un termómetro, una válvula de salida en el fondo y un agitador de ancla. Se añaden 43 g de una solución acuosa de poli(alcohol vinílico) al 10 % y la mezcla se agita durante 10 min. Durante todo el proceso, la mezcla se agita a 250 rpm. La temperatura se fija primero a una temperatura de 25 °C durante 30 min y a continuación la temperatura aumentara hasta la temperatura de 80 °C en una hora. La mezcla se mantiene a 80 °C y se retiran muestras de 2 g are usando la válvula de salida del fondo cada 30 min para determinar la conversión de monómero de acuerdo con el procedimiento que se define a continuación. La mezcla se mantiene durante un periodo de tiempo suficiente a 80 °C para obtener una conversión de monómero igual a un 85 % o superior a un 85 %. La dispersión de microcápsula resultante se enfría a temperatura ambiente en 1 hora. El tamaño medio de partícula y el índice de expansión de la dispersión de microcápsulas resultante se determinan de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación.

La determinación de la conversión de monómero se puede realizar mediante el siguiente procedimiento. Las muestras retiradas del reactor se homogenizan mediante aspiración con una espátula. Se retiran 150 mg de cada muestra y se añaden 20 ml de una solución de 4-metoxifenol al 3 % en peso. La mezcla se agita y se deja en un baño ultrasónico durante 30 minutos. La mezcla se filtra en un filtro Acrodisc de 0,45 µm y el agua madre separada se analiza por GC/FID (cromatografía de gases equipada con un detector de ionización a la llama). La calibración externa se realiza con la solución de cada monómero en etanol. Las áreas de integración se determinan a partir de la señal de FID usando el software Agilent® Chemstation. Se extraen tres muestras por replicado y se analizan. Este análisis proporciona el peso de los monómeros residuales en la muestra. La conversión de monómero se define como:

$$\text{Conversión del monómero (\%)} = \frac{\text{Peso inicial de los monómeros} - \text{peso residual de los monómeros}}{\text{Peso inicial de los monómeros}} \times 100$$

#### Método de medición del contenido de sólidos

Se pesan aproximadamente 3 g de suspensión en una placa de pesada de aluminio y se seca durante dos horas a 105 °C para retirar el agua. El peso de la muestra seca se determina a continuación a temperatura ambiente y se compara con el peso de la dispersión.

Medición del tamaño de partícula de la cápsula

- 5 El diámetro del volumen medio y la extensión se midieron con un analizador láser de la distribución del tamaño de partícula de difracción/dispersión (nombre comercial: LA-950V2, fabricado por Horiba, Ltd.). El dispersante era agua desionizada purificada a 18 MQ. Varias gotitas de la emulsión o la dispersión de cápsula se vertieron en la celda de flujo hasta que se consigue un nivel aceptable de oscurecimiento de la luz láser y a continuación se realizaron inmediatamente medidas por triplicado. Para el cálculo de la medida del tamaño de partícula, los índices de refracción se ajustaron en 1,33 (para el dispersante acuoso), 1,47 (para las fragancias y las cápsulas de poli(metacrilato)). El diámetro medio de la cápsula se midió como un tamaño de partícula de una frecuencia de un 50 % (tamaño medio) en una base volumétrica.

10 La expansión se calculó de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Expansión} = \frac{D(v;0,9) - D(v;0,1)}{D(v;0,5)}$$

- 15 en la que  $D(v; 0,9)$  es el tamaño de partícula para un 90 % de las microcápsulas en volumen,  $D(v; 0,1)$  es el tamaño de partícula para un 10 % de las microcápsulas en volumen y  $D(v; 0,5)$  es el tamaño medio de la microcápsulas volumen como se ha definido anteriormente.

- 20 La proporción de expansión entre la emulsión y la dispersión de cápsula se calculó de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Proporción de expansión} = \frac{\text{Cápsula de expansión}}{\text{Emulsión de expansión}}$$

- 25 en la que la cápsula de expansión es la expansión, como se ha definido anteriormente, de la dispersión de microcápsulas y la Emulsión de expansión es la expansión, como se ha definido anteriormente, de la emulsión inicial.

- 30 Dado que el tamaño de partícula puede ser superior a 10  $\mu\text{m}$ , el análisis de los resultados mediante la aproximación de Fraunhofer (partículas opacas, reglas ópticas geométricas) también es relevante y conduce a la determinación del tamaño válido. En este caso, el índice de refracción no es necesario.

Composición de las fragancias35 *Composición de la fragancia n.º 1*

Ingrediente	% (en peso)
Verdox (CAS n.º 88 41 5)	19
Acetato de isobornilo (CAS n.º 125-12-2)	19
Gamma undecalactona (CAS n.º 104-67-6)	10
Goma de alcanfor en polvo sintética (CAS n.º 464-49-3):	10
2-metil undecanal (CAS n.º 110-41-8)	10
Cyclacet (CAS n.º 54830-99-8):	10
Iso E super (CAS n.º 54464-57-2 166090-45-5)	10
Heptoato de alilo (CAS n.º 142-19-8):	10
Delta damascona (CAS n.º 57378-68-4):	2

*Composición de la fragancia n.º 2*

Ingrediente	% (en peso)
Verdox (CAS n.º 88 41 5)	20
Acetato de isobornilo (CAS n.º 125-12-2)	20
Gamma undecalactona (CAS n.º 104-67-6)	10
Goma de alcanfor en polvo sintética (CAS n.º 464-49-3):	10
2-metil undecanal (CAS n.º 110-41-8)	10
Linalool (CAS n.º 78-70-6)	10
Acetato de linalilo (CAS n.º 115-95-7)	5
Beta pineno (CAS n.º 127-91-3)	5
Citral (CAS n.º 5392-40-5)	5
Levosandol (CAS n.º 28219-61-6)	5

*Composición de la fragancia n.º 3*

Ingrediente	% (en peso)
Verdox (CAS n.º 88 41 5)	21
Acetato de isobornilo (CAS n.º 125-12-2):	21
Dihidromircenol (CAS n.º 18479-58-8)	20
Gamma undecalactona (CAS n.º 104-67-6):	10
Goma de alcanfor en polvo sintética (CAS n.º 464-49-3):	10
2-metil undecanal (CAS n.º 110-41-8)	10
Geraniol (CAS n.º 106-24-1)	5
Aceite de pachulí desionizado natural (proveedor: Reynaud™, CAS n.º 84238-39-1)	1
(E,Z)-2,6-nonadien-1-ol (CAS n.º 28069-72-9)	0,5
Damascenona (CAS n.º 23726-93-4)	0,5
Isofreshal (CAS n.º 68259-31-4)	0,5
Vanitropa (CAS n.º 94-86-0)	0,5

*Composición de la fragancia n.º 4*

Ingrediente	% (en peso)
Verdox (CAS n.º 88 41 5)	26,4
Floropal (CAS n.º 5182-36-5)	10
Caproato de etilo (CAS n.º 123-66-0)	6
Salicilato de bencilo (CAS n.º 118-58-1)	5
Nerolin Bromelia (CAS n.º 93-18-5)	5
Triplal (CAS n.º 27939-60-2)	5
Lilial (CAS n.º 80-54-6)	5
para-Menta-8-tiol-3-ona (CAS n.º 38462-22-5), 1 % en miristato de isopropilo	5
Caproato de alilo (CAS n.º 123-68-2)	5
Butirato de etilo (CAS n.º 105-54-4)	4
2-Metilbutirato de etilo (CAS n.º 7452-79-1)	3
2-Metilpentanoato de etilo (CAS n.º 39255-32-8)	3
Fruitato (CAS n.º 80623-07-0, 80657-64-3)	3
2-Metil-1,3-dioxolano (CAS n.º 497-26-7)	3
Óxido de difenilo (CAS n.º 101-84-8)	2,5
Isociclocitral (CAS n.º 1335-66-6)	2,5
Goma de alcanfor en polvo sintética (CAS n.º 464-49-3):	2
Delta damascona (CAS n.º 57378-68-4):	2
Eucaliptol (CAS n.º 470-82-6)	2
Galbascona BHT (CAS n.º 56973-85-4, 128-37-0) (Proveedor: IFF) para-ment-1-eno-8-tiol (CAS n.º 71159-90-5), 1 % en citrato de trietilo	0,2
Ambretona (CAS n.º 37609-25-9)	0,1
Karanal (CAS n.º 117933-89-8)	0,1

5 *Composición de la fragancia n.º 5*

Ingrediente	% (en peso)
Acetato de isobornilo (CAS n.º 125-12-2) :	25
Goma de alcanfor en polvo sintética (CAS n.º 464-49-3) :	15
Lilial (CAS n.º 80-54-6) :	15
Eucaliptol (CAS n.º 470-82-6) :	8
2-Metilpentanoato de etilo- (CAS n.º 39255-32-8) :	6
Cedrol (CAS n.º 77-53-2):	6
Heptoato de alilo (CAS n.º 142-19-8) :	5
Acetato de estiralilo (CAS n.º 93-92-5) :	5
2-Metilundecanal (CAS n.º 110-41-8) :	5
Verdox (CAS n.º 88-41-5):	5
Cumarina (CAS n.º 91-64-5) :	3
Delta damascona (CAS n.º 57378-68-4):	2

La fragancia n.º 5 es la fragancia que se va a usar en el método de ensayo de filtración.

**Ejemplo 1** Síntesis de las cápsulas de acuerdo con la invención

El proceso de preparación general se siguió para preparar las muestras de las microcápsulas 1 a 6 en las que la mezcla de monómero incluía un monómero de silano (III). Las condiciones exactas de la síntesis y los resultados de la caracterización se proporcionan en la Tabla que sigue a continuación. La proporción de expansión entre la emulsión y la dispersión de cápsula para estas muestras 1 a 6 son todas inferiores a 1,25, lo que indica que la presencia del metacrilato de 3-trimetoxisilil propilo previene la formación de partículas de látex en la fase acuosa.

**Ejemplo 2** (Comparativo)

El procedimiento divulgado en el Ejemplo 1 se siguió para preparar las muestras de las microcápsulas 7 a 10 en las que la mezcla de monómero no incluía un monómero de silano (III). El tamaño medio de la partícula y el índice de expansión de la dispersión de la microcápsula resultante se determinaron de acuerdo con el método de medida del tamaño de partícula de la cápsula que se divulga a continuación. La proporción de expansión entre la emulsión y la dispersión de cápsula para estas muestras 7 a 10 son todas superiores a 1,4.

**Abreviaturas del monómero:**

- MA: ácido metacrílico
- HEMA: metacrilato de 2-hidroxietilo
- MMA: metacrilato de metilo
- BDMA: dimetacrilato de 1,4-butanodiol
- TMPS: metacrilato de 3-trimetoxisilil propilo

(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)	(H)	(I)	(L)	(M)
1	1	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA: 41 TMPS: 5	177	Peróxido de benzoílo 75 %	45,1	20/80	38,9	1,13
2	2	36,6	2,63	MA: 39 MMA: 15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	42,3	1,17
3	3	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	44,3	1,23
4	4	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	39,1	1,17
1	1	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA: 41 TMPS: 5	177	Peróxido de benzoílo 75 %	45,1	20/80	38,9	1,13
2	2	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA: 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	42,3	1,17
3	3	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	44,3	1,23
4	4	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroílo 97 %	38,0	20/70	39,1	1,17



(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)	(H)	(I)	(L)	(M)
5	5	36,6	2,63	MA: 39 MMA:15 BDMA : 41 TMPS: 5	177	Peróxido de lauroilo 97 %	38,0	20/70	39,8	1,10
6	5	39,0	2,69	HEMA : 43 BDMA : 52 TMPS: 5	149	Peróxido de benzoílo 75 %	45,1	35/80	37,6	1,15
7	1	36,7	2,75	MA: 40 MMA:16 BDMA : 44	180	Peróxido de benzoílo 75 %	44,3	20/80	49,4	3,05
8	2	36,8	2,75	MA: 40 MMA:16 BDMA : 44	172	Peróxido de lauroilo 97 %	35,4	20/70	41,8	1,44
9	3	36,8	2,75	MA: 40 MMA:16 BDMA : 44	172	Peróxido de lauroilo 97 %	35,4	20/70	60,9	1,75
10	4	36,8	2,75	MA: 40 MMA: 16 BDMA : 44	172	Peróxido de lauroilo 97 %	35,4	20/70	60,9	1,75

(A) n.º de la Muestra

(B) n.º de la Fragancia

(C) Concentración en peso de fragancia en la emulsión

5 (D) Proporción de peso de fragancia/monómeros en la emulsión

(E) Composición de la mezcla (% representa la cantidad en peso de cada monómero con respecto al peso combinado de todos los monómeros en la mezcla) en la que:

MA: ácido metacrílico

10 MMA: metacrilato de metilo

BDMA: dimetacrilato de 1,4-butanodiol

TMPS: metacrilato de 3-trimetoxisililo y propilo

HEMA: metacrilato de 2-hidroxietilo

15 (F) Proporción de peso de fase oleosa/partículas de sílice

(G) Iniciador de la polimerización (% representa la concentración de peso del iniciador en el producto disponible en el mercado)

(H) proporción de peso de monómero/iniciador

(I) T1/T2 (°C)

20 (L) Diámetro del volumen medio de la dispersión de cápsula ( $\mu\text{m}$ ; D(v, 0,5))

(M) Proporción de expansión

### Ejemplo 3 - Medidas de viscosidad

25 La medida de la viscosidad de las dispersiones de cápsulas se realizó a 20 °C usando un viscosímetro Brookfield, modelo DV-I, huso 18. Dependiendo de la viscosidad de las dispersiones de cápsulas, las medidas se realizaron con velocidades de rotación del huso adaptadas.

Resultados:

Muestra	Viscosidad a 20 °C (cps)	velocidad del huso (rpm)
1	100	12
2	370	6
3	390	6
4	170	12

Muestra	Viscosidad a 20 °C (cps)	velocidad del huso (rpm)
5	190	12
6	1000	2,5
7	70	20
8	Muy viscoso, como una pasta (la viscosidad no se puede medir)	/
9	120	12
10	Muy viscoso, como una pasta (la viscosidad no se puede medir)	/

Estos resultados muestran que en ausencia de TMPS, se puede obtener una dispersión de cápsula muy viscosa (Muestras 8 y 10) mientras que la viscosidad disminuye para las correspondientes dispersiones de cápsula sintetizadas en presencia de TMPS (Muestras 2 y 4).

5

#### Ejemplo 4: determinación de la filtración de fragancia

Una mezcla que contiene un 0,5 % en p/p de la dispersión de cápsula sintetizada y un 99,5 % en p/p de una base de ensayo líquida se almacena en un frasco de vidrio en un horno a una temperatura controlada de 40 °C durante 1/2/4/6 semanas. Después de cada tiempo de almacenamiento, la mezcla se agita y se retiran 10 g. Esta muestra se centrifuga para separar el suavizante del tejido de las cápsulas. 1 g del suavizante de tejido centrifugado se mezcla con 1 g de celite (tierra de diatomeas). Se añaden 545,5 ml de pentano y 50 µl de una solución patrón interno (véase la composición a continuación). La mezcla se agita en un lecho con rodillos durante 1 hora. A continuación, el sobrenadante se inyecta en GC/FID (aparato de cromatografía de gases usando un detector de ionización a la llama). Las áreas de integración se determinan a partir de la señal de FID usando el software Agilent® Chemstation software. Cada extracto se analiza tres veces. La solución de patrón interno es una solución de decanoato de metilo en hexano a una concentración de 10 mg/ml.

10

15

Instrumentación:

20

Agilent 6890 GC conectado al software Chemstation

Columna: HP-5MS, 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm

Temperatura del horno: 50 °C durante 2 min y a continuación calentar a 280 °C a 10 °C/min y mantener a 280 °C durante 5 min.

25

Inyector: 250 °C, Detector: 250 °C

2 µl de volumen de inyección (sin división)

Cálculos:

30

Determinación del peso del componente i de la fragancia filtrada en la muestra:

$$P_{perf,i} = \frac{A_{perf,i} \times P_{pi}}{A_{pi}}$$

35

$P_{perf,i}$ : peso del componente i de la fragancia filtrada (mg)

$A_{perf,i}$ : área del componente i de la fragancia

$p_{pi}$ : peso del patrón interno (mg)

$A_{pi}$ : área del patrón interno

Determinación del peso de la fragancia filtrada en la muestra:

40

$$P_{frag} = \sum_i P_{perf,i}$$

$P_{frag}$ : peso de la fragancia filtrada (mg)

Determinación del porcentaje de la filtración de fragancia:

$$\% \text{ de filtración}_{frag} = \frac{P_{frag}}{P_{tot frag}} \times 100$$

- 5 % de filtración<sub>frag</sub>: porcentaje de filtración de fragancia  
 P<sub>tot frag</sub>: peso de la fragancia encapsulada en la dispersión de cápsula determinado por vía experimental

Determinación del porcentaje de filtración del componente i de la fragancia:

$$\% \text{ de filtración}_{perf} = \frac{P_{perf}}{P_{tot perf}} \times 100$$

- 10  
 15 % de filtración<sub>perf</sub>: porcentaje de filtración del componente i de la fragancia.  
 P<sub>tot perf</sub>: peso del componente i de la fragancia encapsulada en la dispersión de cápsula determinado por vía experimental.

El procedimiento mencionado anteriormente para medir la filtración se realizó usando el suavizante del tejido disponible en el mercado, Le Chat 0 % (Francia), como base de ensayo líquido. Los resultados fueron los siguientes:

Periodo de almacenamiento (semanas)	Filtración de la fragancia encapsulada (% de filtración de la fragancia)		
	0	1	4
Muestra 1	1,7	11,3	17,1
Muestra 2	5,2	25,2	28,0
Muestra 7	1,4	38,0	41,9
Muestra 8	1,9	39,2	43,8

- 20 Estos resultados muestran que el uso de los TMP también permite disminuir la filtración de fragancia desde la cápsula a lo largo del tiempo de almacenamiento en el medio líquido (véanse los resultados de la muestra 1 en comparación con los de la muestra 7, y los resultados de la muestra 2 en comparación con los de la muestra 8).

- 25 Cuando se quiere confiar en el protocolo del Ejemplo 4 como procedimiento general para someter a ensayo la filtración de la fragancia de las microcápsulas divulgadas en el presente documento, se usa la siguiente base de ensayo líquida:

- 30
- |  |                               |
|--|-------------------------------|
| Praepagen® TQ al 90 %                      | 20,00 % en peso               |
| Agua desionizada                           | 79,87 % en peso               |
| Hexahidrato de cloruro de magnesio al 99 % | 0,13 % en peso                |
| Ácido cítrico                              | hasta conseguir un pH de 2,5. |

El Praepagen® TQ al 90 % es metosulfato de dialquiléster de trietanolamina en isopropanol, CAS 91995-81-2.

## REIVINDICACIONES

1. Una microcápsula que comprende una composición de perfume encerrada dentro de una cubierta polimérica, en la que:
- 5
- la composición de perfume incluye una fragancia,
  - la cubierta incluye partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu$ m,
  - la cubierta incluye además, en forma polimerizada, una mezcla que incluye:
- 10
- i) entre un 20 % y un 75 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (I) que es un monómero monoetilénicamente insaturado y/o cloruro de dimetildialil amonio,
  - ii) entre un 20 % y un 70 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (II) que es un monómero polietilénicamente insaturado seleccionado entre el grupo que consiste en un di- o poliéster de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico, una di- o poliamida de alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> del ácido (met)acrílico y
- 15
- iii) entre un 0,01 % y un 10 % en peso con respecto al peso combinado de los compuestos (I) a (III) en la mezcla de un compuesto (III) que es un compuesto de silano.
2. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el compuesto (II):
- 20
- A1. contiene dos o más grupos éster de (met)acrilato o dos o más grupos amida de (met)acrilato por monómero, y  
 B1. tiene un peso molecular que, una vez dividido entre el número de grupos éster o amida de (met)acrilato, da un valor superior a 85 g/mol e inferior a 135 g/mol.
3. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el compuesto (I) se selecciona del grupo que consiste en ácido metacrílico, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo y mezclas de los mismos.
- 25
4. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el compuesto (I) es una combinación de:
- 30
- ia) entre un 50 % y un 100 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero de monometacrilato neutro (Ia) que tiene una solubilidad en agua a pH 7 y 20 °C igual a, o superior a 2 g/100 ml,
  - ib) entre un 0 % y un 50 % en peso con respecto al peso de la combinación de otro monómero monoetilénicamente insaturado neutro (Ib), y
  - ic) entre un 0 % y un 15 % en peso con respecto al peso de la combinación de un monómero monoetilénicamente insaturado ionizado o ionizable (Ic).
- 35
5. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 4, en la que el monómero de monometacrilato neutro (Ia) se selecciona del grupo que consiste en metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, metacrilato de glicidilo, metacrilato de poli(etilenglicol) metil éter y mezclas de los mismos.
- 40
6. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el compuesto (II) es un di- o poliéster resultante de la esterificación del ácido (met)acrílico con un alcohol C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub> polihídrico lineal o ramificado y/o polietilenglicoles C<sub>2</sub>-C<sub>24</sub>.
- 45
7. La microcápsula de acuerdo con la reivindicación 6, en la que el compuesto (II) comprende uno o más de dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol y dimetacrilato de 1,3-propilenglicol.
8. La microcápsula de acuerdo con cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 7, en la que el compuesto (III) comprende metacriloxipropiltrimetoxisilano y/o metacriloxipropiltriethoxisilano.
- 50
9. Una dispersión de base acuosa que comprende una microcápsula como se define de acuerdo con cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 8.
10. Un producto que comprende una microcápsula como se define de acuerdo con cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 8 o una dispersión de base acuosa como se define en la reivindicación 9.
- 55
11. Un proceso para la preparación de una microcápsula como se define en cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende las siguientes etapas:
- 60
- a) proporcionar una emulsión de aceite en agua que tiene una fase oleosa y una fase acuosa, pudiéndose obtener dicha emulsión por mezcla de:
    - partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu$ m,
    - un iniciador de la polimerización soluble en aceite,
    - una composición de perfume que incluye una fragancia,
- 65
- una mezcla como se define en cualquiera o varias de las reivindicaciones 1 a 8, y
  - un coloide protector,

- b) desencadenar la polimerización dentro de la fase oleosa de la emulsión obtenida en la etapa a),
- c) dejar que la polimerización se propague obteniendo de ese modo microcápsulas.

- 5 12. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para reducir la formación de partículas de látex en un proceso de polimerización por radicales libres en suspensión para la preparación de una microcápsula que contiene una composición de perfume, en la que la composición de perfume incluye una fragancia.
- 10 13. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para reducir la filtración de una microcápsula que contiene una composición de perfume, en la que la composición de perfume incluye una fragancia.
- 15 14. Uso de una combinación de partículas coloidales sólidas que tienen un tamaño de partícula primaria medio comprendido entre 5 nm y 1  $\mu\text{m}$  y un compuesto de silano para microencapsular una composición de perfume que incluye una fragancia.