

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 608 384**

51 Int. Cl.:

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2013 PCT/EP2013/073073**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2014 WO14075956**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2013 E 13788955 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.09.2016 EP 2920290**

54 Título: **Mejoras relacionadas con agentes de beneficio encapsulados**

30 Prioridad:
19.11.2012 WO PCT/CN2012/084834

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.04.2017

73 Titular/es:
**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:
**JONES, CRAIG, WARREN;
LI, CHANGXI;
PAN, XIAOYUN y
ZHANG, YUANYUAN**

74 Agente/Representante:
LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 608 384 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

Mejoras relacionadas con agentes de beneficio encapsulados

5 Campo técnico

La presente invención se refiere al suministro de partículas que comprenden agentes de beneficio a sustratos, a procedimientos para la fabricación de dichas partículas y a la fabricación y al uso de formulaciones que comprenden dichas partículas. En el presente documento se describirá específicamente con referencia a composiciones de tratamiento para el lavado de ropa, aunque existen otras aplicaciones y más amplias.

Antecedentes

Muchas formulaciones para el cuidado personal y del hogar buscan suministrar agentes de beneficio a sustratos tales como textiles, superficies duras, cabello y piel. La encapsulación del agente de beneficio en partículas se ha propuesto como medio para potenciar el suministro. La encapsulación de perfumes ha generado un particular interés y actividad en los últimos años.

Sin embargo, todavía hay margen de mejora, dado que las preferencias del consumidor por una percepción mejorada de la fragancia en múltiples fases del proceso de lavado, tal como, al final del lavado y por un rendimiento de perfume cada vez más duradero, dirige el interés comercial en este área.

La fuga de los encapsulados siguen siendo un problema que no solo provoca una reducción del rendimiento, sino que también restringe los componentes que pueden encapsularse de manera estable. Se conocen cápsulas de formaldehído de melanina, pero de manera desventajosa, tienen que usarse conjuntamente con un eliminador de formaldehído. El documento US 2008146478 (International Flavors and Fragrances Inc.) da a conocer una microcápsula que comprende un material activo, un material en nanoescala y un polímero encapsulante. El polímero encapsulante se selecciona del grupo que consiste en un polímero de vinilo, un polímero de acrilato, un copolímero de acrilato-acrilamida, un polímero de melamina-formaldehído, un polímero de urea-formaldehído y mezclas de los mismos, para formar una fragancia encapsulada en un polímero. Véanse las reivindicaciones 1, 2 y las secciones [0111] y [0113].

El documento US 2004071742 (International Flavors and Fragrances Inc.) da a conocer una composición que comprende: un material de fragancia encapsulado por un polímero para proporcionar una fragancia encapsulada en un polímero; la fragancia encapsulada en un polímero se recubre adicionalmente con un polímero catiónico.

El documento US 2004072719 (International Flavors and Fragrances Inc.) da a conocer una composición que comprende: un material de fragancia encapsulado por un polímero para proporcionar una fragancia encapsulada en un polímero; la fragancia encapsulada en un polímero se recubre adicionalmente con un polímero de poliamina.

El documento US 5.460.817 (Allied Colloids Ltd.) da a conocer una composición particulada que comprende partículas que tienen un núcleo anhidro que comprende: (a) un polímero de matriz sólida y un principio activo distribuido por todo el polímero de matriz sólida y (b) una corteza de polímero externa, coacervada y protectora. La corteza externa está formada por un polímero reticulado (poli(alcohol vinílico)).

El documento WO 92/06672 (Revlon Inc.) da a conocer un microencapsulado que comprende una o más sales antitranspirantes encapsuladas dentro de la pared de una corteza que es susceptible a degradación osmótica, enzimática o electrolítica o la degradación debido a la solubilidad en agua de la pared de la corteza.

Se ha encontrado ahora sorprendentemente que el uso de un agente de reticulación que comprenda una mezcla de dextranos que tienen pesos moleculares diferentes, y las cápsulas de mPVOH reticuladas así producidas, conduce a una mejora marcada en la eficacia de la deposición y un correspondiente aumento perceptible por el consumidor en el suministro del beneficio.

Ventajosamente, las nuevas cápsulas se fabrican sustancialmente a partir de materias primas renovables, lo que ayuda a reducir el impacto medioambiental.

Breve descripción de la invención

Por consiguiente, en un primer aspecto, la presente invención proporciona una partícula que comprende:

(a) un núcleo que comprende un agente de beneficio;

(b) una corteza, en la que la corteza comprende un poli(alcohol vinílico) modificado hidrofólicamente y reticulado, que comprende un agente de reticulación que comprende:

i) un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 50.000 Da; y

ii) un segundo aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde más de 50.000 hasta 2.000.000 Da.

5 Un segundo aspecto de la presente invención proporciona una composición para el cuidado del hogar o el cuidado personal que comprende al menos una partícula según el primer aspecto de la invención; siendo la composición preferiblemente un detergente para el lavado de ropa, un acondicionador para la ropa, un desodorante, un antitranspirante, un champú, un acondicionador para el cabello o un producto para el cuidado o la limpieza de la piel.

10 Un tercer aspecto de la presente invención proporciona un método de tratamiento de un sustrato, preferiblemente en el que el sustrato se selecciona de la piel, el cabello y/o un material textil, que incluye la etapa de tratar el sustrato con una composición que comprende partículas según el primer aspecto de la invención.

Descripción detallada de la invención

15 Con el fin de que la presente invención pueda comprenderse mejor y en mayor profundidad, se describirá adicionalmente a continuación con referencia a realizaciones específicas de la invención y características adicionales preferidas y/u opcionales. Todas las cantidades citadas son % en peso de la composición total, a menos que se indique lo contrario.

20 La partícula

El núcleo está formado normalmente en una región interna de la partícula y proporciona un sumidero para el agente de beneficio. La "corteza" protege al agente de beneficio y regula el flujo del agente de beneficio dentro y fuera del

25 Tamaño de partícula

El experto habitual en la técnica sabrá cómo medir la distribución del tamaño de partícula de las cápsulas; por ejemplo, utilizando un instrumento Malvern Mastersizer 2000. Normalmente, la partícula tiene un diámetro promedio de menos de 5-50 micrómetros, preferiblemente de desde 10 hasta 40 micrómetros, más preferiblemente de desde 25 hasta 35 y lo más preferiblemente de 30 micrómetros.

30 El núcleo

El núcleo comprende uno o más agentes de beneficio.

Ventajosamente, el agente de beneficio es un agente de beneficio hidrófobo, preferiblemente, un agente de beneficio organoléptico, por ejemplo un sabor o fragancia (los términos "fragancia" y "perfume" se usan de manera intercambiable en el presente documento).

35 Agentes de beneficio

Pueden incorporarse diversos agentes de beneficio en las partículas. Cuando el uso final de las partículas está relacionado con un sistema que contiene tensioactivo, puede usarse cualquier agente de beneficio compatible que pueda proporcionar un beneficio a un sustrato que se trata con una composición de tensioactivo. Agentes de beneficio preferidos se encuentran en el campo del lavado de ropa, por ejemplo, agentes de beneficio para materiales textiles y agentes de beneficio que proporcionan un beneficio a un medio de lavado y/o aclarado de ropa. Alternativamente, los agentes de beneficio pueden proporcionar un beneficio relacionado con la piel o el cabello. Las ventajas de las partículas de la invención en presencia de tensioactivo son una buena retención del agente de beneficio en el almacenamiento de una formulación y liberación controlable del agente de beneficio durante y después del uso del producto.

Los ejemplos preferidos incluyen sabores, fragancias, enzimas, antiespumantes, agentes que fluorescen, colorantes de sombreado y/o pigmentos, agentes acondicionadores (por ejemplo, materiales de amonio cuaternario insolubles en agua y/o siliconas), filtros solares, ceramidas, antioxidantes, agentes reductores, secuestrantes, aditivos para cuidar los colores, polímeros para igualar la densidad, fotoblanqueadores, lubricantes, aceites insaturados, emolientes/agentes humectantes y antimicrobianos, siendo los más preferidos las fragancias y los agentes antimicrobianos.

Los antimicrobianos preferidos incluyen Triclosan™, climbazol, octopirox, ketoconazol, piritona de zinc y compuestos de amonio cuaternario.

Filtros solares y/o agentes para aclarar la piel preferidos son compuestos de vitamina B3. Se seleccionan compuestos de vitamina B3 adecuados de niacina, niacinamida, alcohol nicotínico o derivados o sales de los mismos. Otras vitaminas que actúan como agentes para aclarar la piel pueden incluirse ventajosamente en la

composición para aclarar la piel para lograr efectos de aclaramiento de la piel adicionales. Estos incluyen vitamina B6, vitamina C, vitamina A o sus precursores. También pueden emplearse mezclas de las vitaminas en la composición de la invención. Una vitamina adicional especialmente preferida es la vitamina B6. Otros ejemplos no limitativos de agentes para aclarar la piel útiles en el presente documento incluyen adapaleno, extracto de aloe, lactato de amonio, arbutina, ácido azelaico, butilhidroxianisol, butilhidroxitolueno, ésteres de citrato, desoxiarbutina, derivados de 1,3-difenil-propano, ácido 2,5-di-hidroxil-benzoico y sus derivados, 2-(4-acetoxifenil)-1,3-ditano, 2-(4-hidroxiifenil)-1,3-ditano, ácido elágico, gluco-piranosil-1-ascorbato, ácido glucónico, ácido glicólico, extracto de té verde, 4-hidroxi-5-metil-3[2H]-furanona, hidroquinona, 4 hidroxianisol y sus derivados, derivados de ácido 4-hidroxi-benzoico, ácido hidroxicaprílico, ascorbato de inositol, ácido kójico, ácido láctico, extracto de limón, ácido linoleico, ascorbilfosfato de magnesio, ácido 5-octanoil-salicílico, derivados de 2,4-resorcinol, derivados de 3,5-resorcinol, ácido salicílico, derivados de 3,4,5-trihidroxibencilo, y mezclas de los mismos. Filtros solares preferidos útiles en la presente invención son 2-etilhexil-p-metoxicinamato, butil-metoxidibenzoilmetano, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octil-dimetil-p-aminobenzoico y mezclas de los mismos. El filtro solar particularmente preferido se selecciona de 2-etil-hexil-p-metoxicinamato, 4-t-butil-4'-metoxi-dibenzoil-metano o mezclas de los mismos. Otros agentes de filtro solar convencionales que son adecuados para su uso en la composición para aclarar la piel de la invención incluyen 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octildimetil-p-aminobenzoico, digaloiltriolateo, 2,2-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, etil-4-(bis(hidroxiopropil))amino-benzoato, 2-etilhexil-2-ciano-3,3-difenilacrilato, 2-etilhexilsalicilato, gliceril-p-aminobenzoato, 3,3,5-trimetilciclohexilsalicilato, metilntranilato, ácido p-dimetilaminobenzoico o aminobenzoato, 2-etilhexil-p-dimetil-amino-benzoato, ácido 2-fenilbenzimidazol-5-sulfónico, ácido 2-(p-dimetilaminofenil)-5-sulfónico-benzoxazoico y mezclas de estos compuestos.

Los antioxidantes preferidos incluyen vitamina E, retinol, antioxidantes basados en hidroxitolueno tales como Irganox™ o antioxidantes disponibles comercialmente tales como la serie Trollox™.

Materiales de fragancia y perfume (que incluyen profragancias) son un agente de beneficio particularmente preferido.

La profragancia, por ejemplo, puede ser un lípido alimentario. Los lípidos alimentarios contienen normalmente unidades estructurales con pronunciada hidrofobicidad. La mayoría de los lípidos se derivan de ácidos grasos. En estos lípidos de 'ácido', los ácidos grasos están presentes, predominantemente, como ésteres e incluyen glicerol de mono-, di-, triacilo, fosfolípidos, glicolípidos, lípidos de dioles, ceras, ésteres de esteroles y tocoferoles. En su estado natural, los lípidos vegetales comprenden antioxidantes para evitar su oxidación. Aunque estos pueden eliminarse al menos en parte durante el aislamiento de aceites de plantas, algunos antioxidantes pueden permanecer. Estos antioxidantes pueden ser profragancias. En particular, los carotenoides y compuestos relacionados incluyendo vitamina A, retinol, retinal, ácido retinoico y provitamina A, pueden convertirse en especies fragantes, incluyendo las iononas, damasconas y damascenonas. Los lípidos alimentarios de profragancias preferidos incluyen aceite de oliva, aceite de palma, aceite de canola, escualeno, aceite de semillas de girasol, aceite de germen de trigo, aceite de almendra, aceite de coco, aceite de semilla de uva, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de cártamo, aceite de maní, aceite de semilla de amapola, aceite de nuez de palma, aceite de salvado de arroz, aceite de sésamo, aceite de soja, aceite de semillas de calabaza, aceite de jojoba y aceite de semillas de mostaza. Componentes de perfume que son materiales odoríferos se describen en detalle adicional a continuación.

El perfume está presente normalmente en una cantidad de desde el 10 hasta el 85% en peso total de la partícula, preferiblemente desde el 15 hasta el 75% en peso total de la partícula. El perfume tiene adecuadamente un peso molecular de desde 50 hasta 500 Dalton. Las profragancias pueden tener un peso molecular superior, siendo normalmente de 1-10 kD.

Los componentes útiles del perfume incluyen materiales tanto de origen natural como sintético. Incluyen compuestos individuales y mezclas. Pueden encontrarse ejemplos específicos de tales componentes en la bibliografía actual, por ejemplo, en el Handbook of Flavour Ingredients de Fenaroli, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 de M. B. Jacobs, editado por Van Nostrand; o Perfume and Flavour Chemicals de S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (EE. UU.). Estas sustancias las conoce el experto en la técnica de perfumar, saborizar y/o aromatizar productos de consumo, es decir, de conferir un olor y/o un sabor o gusto a un producto de consumo perfumado o saborizado tradicionalmente, o de modificar el olor y/o gusto de dicho producto de consumo.

Por perfume en este contexto no sólo quiere decirse una fragancia de un producto completamente formulado, sino también componentes seleccionados de esa fragancia, en particular, los proclives a pérdidas, tales como las denominadas 'notas superiores'.

Las notas superiores se definen por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Los ejemplos de notas superiores bien conocidas incluyen aceites cítricos, linalool, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. Las notas superiores comprenden normalmente del 15 al 25% en peso de una composición de perfume y, en las realizaciones de la invención que contienen un nivel aumentado de notas superiores, se prevé que al menos el 20% en peso estaría presente dentro de la partícula.

Los componentes de perfume típicos que es ventajoso emplear en las realizaciones de la presente invención incluyen los que tienen un punto de ebullición relativamente bajo, preferiblemente, los que tienen un punto de ebullición de menos de 300, preferiblemente, de 100-250 grados Celsius.

5 También es ventajoso encapsular componentes de perfume que tienen un bajo LogP (es decir, los que se repartirán en agua), preferiblemente, con un LogP de menos de 3,0. Estos materiales de punto de ebullición relativamente bajo y LogP relativamente bajo se han denominado componentes de perfume de "floración tardía" e incluyen los siguientes materiales:

10 caproato de alilo, acetato de amilo, propionato de amilo, aldehído anísico, anisol, benzaldehído, acetato de bencilo, acetona de bencilo, alcohol bencílico, formiato de bencilo, isovalerato de bencilo, propionato de bencilo, beta-gama-hexenol, goma del alcanfor, levo-carvona, d-carvona, alcohol cinámico, formiato de cinamilo, cis-jasmona, acetato de cis-3-hexenilo, alcohol cumínico, ciclal C, dimetil-bencil-carbinol, acetato de dimetil-bencil-carbinol, acetato de etilo, aceto-acetato de etilo, etil amil cetona, benzoato de etilo, butirato de etilo, etil hexil cetona, acetato de etilfenilo, eucaliptol, eugenol, acetato fenquílico, flor-acetato (acetato de triciclo-decenilo), fruteno (propionato de triciclo-decenilo), geraniol, hexenol, acetato de hexenilo, acetato de hexilo, formiato de exilo, alcohol hidratrópico, hidroxicitronelal, indona, alcohol isoamílico, isomentona, acetato de isopulegilo, isoquinolona, ligustral, linalool, óxido de linalool, formiato de linalilo, mentona, acetofenona de mentilo, metil amil cetona, antranilato de metilo, benzoato de metilo, acetato de metilbenilo, metileugenol, metilheptenona, carbonato de metilheptina, metil heptil cetona, metil hexil cetona, acetato de metilfenilcarbinilo, salicilato de metilo, antranilato de metil-N-metilo, nerol, octalactona, alcohol otilíco, p-cresol, metil éter de p-cresol, p-metoxi-acetofenona, p-metil-acetofenona, fenoxi-etanol, acetaldehído de fenilo, acetato de feniletilo, alcohol fenil-etílico, feniletildimetilcarbinol, acetato de prenilo, bornato de propilo, pulegona, óxido de rosa, safrol, 4-terpinenol, alfa-terpinenol y/o viridina.

25 Es común que estén presentes una pluralidad de componentes de perfume en una formulación. En los encapsulados de la presente invención se prevé que pueda haber cuatro o más, preferiblemente cinco o más, más preferiblemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfume diferentes de la lista proporcionada de perfumes de floración tardía proporcionada anteriormente en las partículas.

30 Otro grupo de perfumes con los que puede aplicarse la presente invención son los denominados materiales para "aromaterapia". Estos incluyen muchos componentes también usados en perfumería, incluyendo componentes de aceites esenciales tales como amaro, eucalipto, geranio, lavanda, extracto de maca, neroli, nuez moscada, menta verde, hoja de violeta dulce y valeriana. Por medio de la presente invención estos materiales pueden transferirse a artículos textiles que se llevarán puestos o entrarán en contacto de otra forma con el cuerpo humano (tales como pañuelos y ropa de cama).

35 El núcleo comprende preferiblemente componentes adicionales tales como agentes poliméricos, disolventes y mezclas de los mismos.

40 Los disolventes adecuados incluyen aceites minerales blancos, ésteres grasos naturales y ésteres grasos sintéticos. Disolventes preferidos son ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, materiales de PEG-400 a PEG 2000, benzoato de alquilo C12-15 y mezclas de los mismos, más preferiblemente miristato de isopropilo, PEG-600, benzoato de alquilo C12-15 y mezclas de los mismos.

45 Los agentes poliméricos adecuados incluyen materiales de polisacáridos modificados hidrofóbicamente, por ejemplo, celulosas derivatizadas con alquilo. Materiales preferidos son hidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxibutilcelulosa, hidroxibutilcelulosa, metilcelulosa y mezclas de las mismas. Agentes poliméricos particularmente preferidos son hidroxipropilmetilcelulosa, metilcelulosa y mezclas de las mismas.

50 El agente polimérico es, preferiblemente, miscible/soluble con el agente de beneficio. El disolvente puede usarse además para mejorar la miscibilidad/solubilidad del polímero.

La corteza

55 *El dextrano*

60 La corteza comprende i) un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 50.000 Da; preferiblemente de desde 5.000 hasta 30.000 Da, incluso más preferiblemente de desde 10.000 hasta 25.000 Da, todavía más preferiblemente de desde 15.000 hasta 22.000, lo más preferiblemente de 20.000 Da y

ii) un segundo aldehído de dextrano que tiene un peso molecular variable de desde más de 50.000 hasta 2.000.000 Da, preferiblemente de desde 75.000 hasta 1.000.000, incluso más preferiblemente de desde 100.000 hasta 500.000 Da, todavía más preferiblemente de desde 150.000 hasta 300.000, lo más preferiblemente de 200.000 Da.

65 El dextrano es un glucano con unión α -D-1,6-glucosa con cadenas laterales con unión 1-3 a las unidades de la

estructura principal del dextrano. Normalmente el grado de ramificación es de aproximadamente el 5%. Las ramificaciones tienen principalmente una longitud de 1 a 2 unidades de glucosa. Es sorprendente que un alfa 1-6 polisacárido pueda mostrar alguna afinidad tanto por celulosa como por poliéster.

- 5 Los materiales de aldehído de dextrano deben contener 2 o más grupos aldehído con el fin de reticularse.

Cantidad de dextrano

- 10 Se ha encontrado que la cantidad total de agente de reticulación tiene influencia sobre la calidad de la cápsula. Las cápsulas eran convenientemente uniformes y regulares cuando se usó aldehído de dextrano en una cantidad de desde el 2,0 hasta el 5,0% en peso, preferiblemente del 2,8 al 3,0% en peso.

- 15 La cantidad total de materiales de aldehído de dextrano (es decir, aldehídos de dextrano de alto y bajo peso molecular) es preferiblemente de desde el 0,5 hasta el 5,0% en peso, más preferiblemente de desde el 1,0 hasta el 3,5% en peso, lo más preferiblemente de desde el 2,0 hasta el 3,0% en peso, en peso total de la partícula.

Razón de los dextranos de dos pesos moleculares

- 20 Se ha encontrado que la razón del segundo aldehído de dextrano (de alto MWt [*molecular weight*]) con respecto al primer aldehído de dextrano (de bajo MWt) es importante para la calidad de cápsula de mPVOH reticulado. La razón en peso/peso del aldehído de dextrano de alto con respecto a bajo peso molecular se encuentra convenientemente en el intervalo de desde 0,1 hasta 10, preferiblemente desde 0,5 hasta 5 y lo más preferiblemente desde 1 hasta 2.

El mPVOH

- 25 Se encontró que la cantidad de mPVOH influye en la preparación de las cápsulas. Solo pudieron obtenerse cápsulas uniformes y regulares en una concentración apropiada de mPVOH.

- 30 Cantidades adecuadas de mPVOH están en el intervalo de desde el 2 hasta el 50% en peso, preferiblemente desde el 10 hasta el 30% en peso, lo más preferiblemente desde el 18 hasta el 20% en peso.

Por debajo de esta cantidad, la gotita del perfume no se emulsionó completamente. En cantidades mayores que ésta, las cápsulas resultantes se aglomeraron debido a una mayor probabilidad de reticulación entre las cápsulas.

- 35 El PVOH (material de origen), que tiene un grado de hidrólisis del 60 al 99%, se hace reaccionar en primer lugar con un material de derivatización, tal como butiraldehído, para obtener el mPVOH.

- 40 El mPVOH comprende una cadena de alquilo, por lo general, de entre C₃ y C₁₈. Longitudes de cadena de hidrocarbilo mayores de 22 no son deseables ya que el material de origen a partir del cual se obtiene el grupo de derivatización reacciona escasamente o nada en absoluto con la estructura principal polimérica.

La longitud de cadena de hidrocarbilo de la función original en el material de origen a partir del que se obtiene el grupo de derivatización es preferiblemente de desde 4 hasta 22, más preferiblemente desde 5 hasta 20.

- 45 En este contexto, el número de carbonos en el grupo hidrocarbilo incluye cualquier carbono dentro de la cadena unido a cualquier otro grupo funcional dentro del material de derivatización. Por ejemplo, el butiraldehído tiene una longitud de cadena de hidrocarbilo de 4.

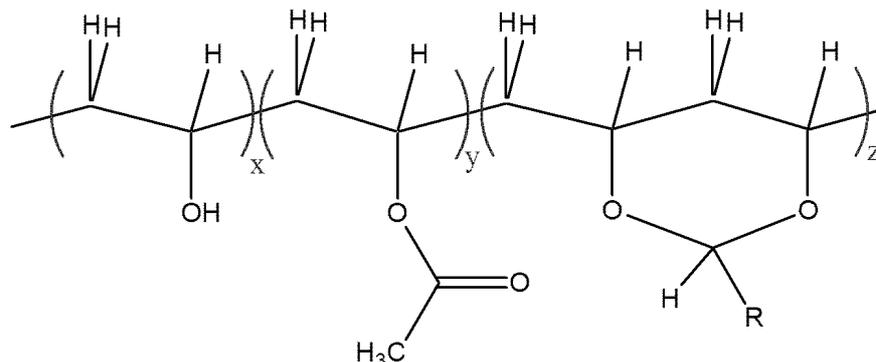
- 50 El material de derivatización está presente preferiblemente en el polímero a un nivel de desde el 0,1 hasta el 40% en peso, basándose en el peso total del polímero, más preferiblemente del 2 al 30%; lo más preferiblemente del 5 al 15%, por ejemplo del 8 al 12%.

- 55 Cuando la estructura principal polimérica se basa en PVOH, el material de derivatización está presente preferiblemente a un nivel tal que la razón en número de los grupos derivados con respecto a los pares de hidroxilo libres en la estructura principal es de desde 1:3 hasta 1:30; más preferiblemente de 1:4 a 1:20, lo más preferiblemente de 1:7 a 1:15, por ejemplo de 1:8 a 1:13.

- 60 Los polímeros basados en poli(alcoholes vínicos) preferidos para su uso en el presente documento tienen un peso molecular promedio de desde 1.000 hasta 300.000, preferiblemente de desde 2.000 hasta 100.000, lo más preferiblemente de desde 2.000 hasta 75.000. La hidrólisis o alcoholisis se define como el porcentaje en el que se completa la reacción cuando se sustituyen los grupos acetato en la resina con grupos hidroxilo, -OH. Se prefiere un intervalo de hidrólisis del 60 al 99% de la resina formadora de película a base de PVOH, mientras un intervalo de hidrólisis más preferido es de desde aproximadamente el 88 hasta el 99%. Tal como se usa en esta solicitud, el término "PVOH" incluye compuestos de poli(acetato de vinilo) con los niveles de hidrólisis dados a conocer en el
65 presente documento.

Los polímeros de PVOH preferidos tienen preferiblemente un grado de saponificación promedio dentro del intervalo del 70 al 99%, y una viscosidad como una solución al 7% dentro del intervalo de 100 a 5.000 mPas a temperatura ambiental medida a una velocidad de cizalladura de 20 s⁻¹.

- 5 Todos los polímeros anteriores incluyen las clases de polímeros mencionadas anteriormente, ya sea como polímeros individuales o como copolímeros formados por unidades monoméricas o como copolímeros formados por unidades monoméricas derivadas de la clase especificada o como copolímeros en los que esas unidades monoméricas se copolimerizan con una o más unidades comonoméricas.
- 10 Un polímero particularmente preferido para su uso en la presente invención se representa mediante la fórmula:



- 15 en la que la razón en número promedio de z con respecto a x está dentro del intervalo de desde 1:200 hasta 1:6, más preferiblemente desde 1:100 hasta 1:8, lo más preferiblemente desde 1:50 hasta 1:12; por ejemplo de 1:30 a 1:14, y es el acetato residual que queda de la hidrólisis del compuesto de origen que, preferiblemente, está en el intervalo de desde el 1 hasta el 20%, más preferiblemente del 1-10%, lo más preferiblemente del 1-5% y R es un grupo alquilo o alqueno que tiene de 3 a 22 átomos de carbono.
- 20 Más preferiblemente, R es un grupo alquilo que tiene de 3 a 6 átomos de carbono. Lo más preferiblemente, R es C₃H₇.

Preparación de mPVOH

- 25 Se preparó una disolución al 10% en peso de PVOH en agua colocando 100 g de PVOH (Mowiol 20-98 (marca comercial), de Kuraray Specialities) y 900 g de agua desmineralizada en un matraz y calentando hasta 70°C. A esto se le añadieron 10 ml de ácido clorhídrico (disolución acuosa al 36%) para catalizar la reacción y luego se añadió butiraldehído. Entonces se agitó la mezcla a 70°C durante 5 horas bajo una atmósfera inerte, después de lo cual se detuvo el calentamiento y la agitación continuó durante 20 horas adicionales a temperatura ambiente. Entonces se
- 30 llevó la mezcla de reacción hasta un pH de 7, usando una disolución de hidróxido de sodio.

La disolución resultante se precipitó en acetona para producir el polímero de PVOH acetalizado y se lavó repetidamente con acetona (500 ml) y luego agua (50 ml). Entonces se secó a vacío a 70°C durante toda la noche para producir un polímero blanco.

- 35 Auxiliares de deposición
- La partícula puede comprender un auxiliar de deposición. Auxiliares de deposición preferidos son sustantivos a superficies proteínicas, celulósicas, de poliéster, lipídicas o de poliamida. Mediante el uso de un adyuvante de deposición de este tipo, puede potenciarse la eficacia de suministro a un sustrato específico.
- 40

Los auxiliares de la deposición modifican las propiedades del exterior de la partícula. Un beneficio particular que puede obtenerse con estos materiales consiste en hacer que la partícula sea más sustantiva a un sustrato deseado. Los sustratos deseados incluyen sustratos celulósicos (incluso el algodón), de poliéster (incluso los empleados en la

45 fabricación de materiales textiles de poliéster) y los que contienen proteínas (tales como la piel y el cabello). Los auxiliares de la deposición se seleccionan preferiblemente de polímeros sustantivos a sustratos no hidrolizables, polímeros sustantivos a sustratos hidrolizables y polímeros sustantivos a poliéster.

- 50 Los polímeros de polisacáridos preferidos, ya sean hidrolizables o no, pueden derivarse de una amplia gama de polisacáridos. Preferiblemente, el polisacárido se selecciona del grupo que consiste en: goma de tamarindo (preferiblemente, que consiste en polímeros de xiloglucano), goma guar, goma de algarrobo (preferiblemente, que consiste en polímeros de galactomanano) y otras gomas y polímeros industriales, que incluyen, pero no se limitan a, tara, fenogreco, aloe, chía o salvia hispánica, semilla de lino, semilla de *Psillium*, semilla de membrillo, xantano, gelan, welan, ramsan, dextrano, curdlano, pululano, escleroglucano, esquizofilano, quitina, hidroxialquilcelulosa,

- arabinano (preferiblemente, de remolacha azucarera), arabinano desramificado (preferiblemente, de remolacha azucarera), arabinosilano (preferiblemente, de harina de centeno y trigo), galactano (preferiblemente, de lupino y patata), galactano péctico (preferiblemente, de patatas), galactomanano (preferiblemente, de algarrobo e incluyendo tanto bajas como altas viscosidades), glucomanano, liquenano (preferiblemente de musgo islandés), manano (preferiblemente, de marfil vegetal), paquimano, ramnogalacturonano, goma arábica, agar, alginatos, carragenano, quitosano, clavano, ácido hialurónico, heparina, inulina, celodextrinas, celulosa, derivados de celulosa y mezclas de los mismos.
- Los auxiliares de la deposición sustantivos a sustratos no hidrolizables preferidos incluyen polisacáridos no hidrolizables. El polisacárido preferido para sustantividad a algodón tiene por ejemplo una estructura principal con unión β -1,4.
- Preferiblemente el polisacárido es una celulosa, un derivado de celulosa u otro polisacárido con unión β -1,4 que tenga afinidad para la celulosa, tales como polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano y poligalactomanano o una mezcla de los mismos. Más preferiblemente, el polisacárido se selecciona del grupo que consiste en polixiloglucano y poligalactomanano. Lo más preferiblemente, el auxiliar de la deposición es goma de algarrobo, xiloglucano, goma guar o mezclas de los mismos.
- Los auxiliares de la deposición sustantivos a sustratos hidrolizables preferidos incluyen polisacáridos hidrolizables. Estos comprenden un polisacárido que se ha modificado para hacerlo más hidrosoluble por medio de un grupo covalentemente unido al polisacárido por medio de un enlace hidrolizable. Pueden seleccionarse grupos preferidos por ejemplo, independientemente, de uno o más de acetato, propanoato, trifluoroacetato, 2-(2-hidroxi-1-oxopropoxi)propanoato, lactato, glicolato, piruvato, crotonato, isovalerato, cinamato, formiato, salicilato, carbamato, carbamato de metilo, benzoato, gluconato, metanosulfonato, tolueno, sulfonato, grupos y grupos hemiéster de los ácidos fumárico, malónico, itacónico, oxálico, maleico, succínico, tartárico, aspártico, glutámico y málico.
- Entre tales auxiliares de la deposición hidrolizables preferidos para la sustantividad a algodón está el mono-acetato de celulosa.
- Los auxiliares de la deposición sustantivos a poliéster adecuados y preferidos incluyen polímeros que contienen ftalato, más preferiblemente un polímero que tiene uno o más componentes hidrófilos no iónicos que comprenden segmentos de oxietileno, polioxietileno, oxipropileno o polioxipropileno y uno o más componentes hidrófobos que comprenden segmentos de tereftalato. Normalmente, los segmentos de oxialquileno de estos auxiliares de la deposición tendrán un grado de polimerización de desde 1 hasta aproximadamente 400, aunque pueden usarse niveles superiores, preferiblemente de desde 100 hasta aproximadamente 350, más preferiblemente de desde 200 hasta aproximadamente 300.
- Un tipo de auxiliar de la deposición preferido es un copolímero que tiene bloques al azar de tereftalato de etileno y tereftalato de poli(óxido de etileno).
- Otro auxiliar de la deposición polimérico preferido es poliéster con unidades de repetición de unidades de tereftalato de etileno que contiene el 10-15% en peso de unidades de tereftalato de etileno junto con el 90-80% en peso de unidades de poli(tereftalato de oxietileno), derivadas de un polietilenglicol con un peso molecular promedio de 0,2 kD-40 kD. Los ejemplos de esta clase de polímero incluyen el material disponible comercialmente ZELCON 5126 (de DuPont) y MILEASE T (de ICI). Pueden encontrarse ejemplos de polímeros relacionados en el documento US 4.702.857.
- Otro auxiliar de la deposición polimérico preferido es un producto sulfonatado de un oligómero de éster sustancialmente lineal, que comprende una estructura principal de éster oligomérico de unidades de repetición de tereftaloilo y oxialquilenoxilo y restos terminales unidos covalentemente a la estructura principal. Estos agentes para desprender la suciedad se describen completamente en el documento US 4.968.451. Otros agentes poliméricos adecuados para desprender la suciedad incluyen los poliésteres de tereftalato del documento US 4.711.730, los ésteres oligoméricos con extremos terminales aniónicos del documento US 4.721.580 y los compuestos oligoméricos de poliéster de bloque del documento US 4.702.857.
- Los auxiliares de la deposición poliméricos preferidos también incluyen los agentes para desprender la suciedad del documento US 4.877.896, que da a conocer ésteres de tereftalato con extremos terminales aniónicos, especialmente de sulfoarolilo.
- Todavía otro auxiliar de la deposición preferido es un oligómero con unidades de repetición de unidades de tereftaloilo, unidades de sulfoisotereftaloilo, unidades de oxietilenoxilo y oxi-1,2-propileno. Las unidades de repetición forman la estructura principal del oligómero y preferiblemente están terminadas con extremos terminales de isetonato modificado. Un auxiliar de la deposición particularmente preferido de este tipo comprende aproximadamente una unidad de sulfoisotereftaloilo, 5 unidades de tereftaloilo, unidades de oxietilenoxilo y oxi-1,2-propileno en una razón de desde aproximadamente 1,7 hasta aproximadamente 1,8 y dos unidades con extremos terminales de 2-(2-hidroxietoxi)-etanosulfonato de sodio. Dicho agente para desprender la suciedad

también comprende desde aproximadamente el 0,5% hasta aproximadamente el 20% en peso del oligómero, de un estabilizador reductor cristalino, preferiblemente seleccionado del grupo que consiste en sulfonato de xileno, sulfonato de cumeno, sulfonato de tolueno y mezclas de los mismos.

5 El auxiliar de la deposición puede ser lineal o ramificado. El peso molecular preferido del auxiliar de la deposición polimérico se encuentra en el intervalo de desde aproximadamente 5 kD hasta aproximadamente 500 kD, preferiblemente 10 kD-500 kD, más preferiblemente 20 kD-300 kD.

10 Preferiblemente, el polímero auxiliar de la deposición está presente a niveles tales que la razón polímero:sólidos en partículas se encuentra en el intervalo de 1:500-3:1, preferiblemente de 1:200-1:3.

Métodos de preparación

15 El agente de beneficio puede estar presente en la mezcla de reacción a un nivel para proporcionar los niveles de agente de beneficio en las partículas resultantes en los valores dados a conocer anteriormente, aunque también es posible formar partículas "vacías" (con o sin un portador de agente de beneficio, por ejemplo, cera) y exponerlas posteriormente a un agente de beneficio que puede adsorberse en la región interna.

20 Los auxiliares de la deposición se añaden generalmente durante la primera parte o última fase de la encapsulación.

Para las partículas simples de núcleo-corteza, el núcleo excluyendo el agente de beneficio es menos de o igual al 95% en peso de la masa o menos, y la corteza generalmente es el 5% en peso o más de la masa de la partícula.

Realizaciones particularmente preferidas

25 Se prefiere particularmente que la partícula anterior comprenda una fragancia contenida en el núcleo, rodeada por una corteza y/o adsorbida en un material portador, por ejemplo un aceite mineral, es decir, rodeada por la corteza y/o un auxiliar de deposición de polisacárido exterior a la corteza. Las partículas especialmente preferidas tienen un tamaño de partícula de 5 a 50 micrómetros.

Uso en productos

35 Las composiciones de producto final de la invención pueden estar en cualquier forma física, por ejemplo, un sólido tal como un polvo o gránulos, un comprimido, una barra sólida, una pasta, gel o líquido, especialmente, un líquido de base acuosa.

40 Las partículas de la invención pueden incorporarse ventajosamente en composiciones que contienen tensioactivo y, en particular, en composiciones para el lavado de ropa y para el cuidado personal. Normalmente, las partículas se incluyen en dichas composiciones a niveles de desde el 0,001% hasta el 10%, preferiblemente desde el 0,005% hasta el 7,55%, lo más preferiblemente desde el 0,01% hasta el 5% en peso de la composición total.

45 Para aplicaciones de lavado de ropa, un principio activo en las composiciones es preferiblemente un agente activo de superficie o un agente acondicionador de materiales textiles. Puede incluirse más de un principio activo. Para algunas aplicaciones, puede usarse una mezcla de principios activos.

50 Las composiciones formuladas que comprenden las partículas de la invención pueden contener un compuesto activo de superficie (tensioactivo) que puede elegirse de jabón y compuestos activos de superficie aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos distintos de jabón y mezclas de los mismos. Están disponibles muchos compuestos activos de superficie adecuados y se describen completamente en la bibliografía, por ejemplo, en "Surface-Active Agents and Detergents", volúmenes I y II, de Schwartz, Perry y Berch. Los compuestos activos de superficie preferidos que pueden usarse son jabones y compuestos aniónicos y no iónicos distintos de jabón sintéticos.

55 Las composiciones de la invención pueden contener alquilbencenosulfonato lineal, particularmente alquilbencenosulfonatos lineales que tienen una longitud de cadena de alquilo de desde C8 hasta C15. Se prefiere que el nivel de alquilbencenosulfonato lineal sea de desde el 0% en peso hasta el 30% en peso, más preferiblemente de desde el 1% en peso hasta el 25% en peso, lo más preferiblemente de desde el 2% en peso hasta el 15% en peso, en peso de la composición total.

60 Las composiciones de la invención pueden contener otros tensioactivos aniónicos en cantidades adicionales a los porcentajes citados anteriormente. Los expertos en la técnica conocen bien tensioactivos aniónicos adecuados. Los ejemplos incluyen alquilsulfatos primarios y secundarios, particularmente alquilsulfatos primarios C8 a C15; alquiléter-sulfatos; sulfonatos de olefina; alquil-xilenosulfonatos; dialquilsulfosuccinatos y sulfonatos de éster de ácidos grasos. Por lo general, se prefieren las sales de sodio.

65 Las composiciones también pueden contener tensioactivo no iónico. Los tensioactivos no iónicos que pueden usarse

incluyen los etoxilatos de alcohol primarios y secundarios, especialmente los alcoholes alifáticos C8 a C20 etoxilados con un promedio de desde 1 hasta 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol y más especialmente, alcoholes alifáticos primarios y secundarios C10 a C15 etoxilados con un promedio de desde 1 hasta 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol. Los tensioactivos no iónicos no etoxilados incluyen alquilpoliglucósidos, monoéteres de glicerol y polihidroxiamidas (glucamida).

Se prefiere que el nivel de tensioactivo no iónico sea de desde el 0% en peso hasta el 30% en peso, preferiblemente desde el 1% en peso hasta el 25% en peso, lo más preferiblemente desde el 2% en peso hasta el 15% en peso, en peso de una composición completamente formulada que comprende las partículas de la invención.

Puede usarse cualquier agente acondicionador de materiales textiles convencional. Los agentes acondicionadores pueden ser catiónicos o no iónicos. Si el compuesto acondicionador de materiales textiles va a emplearse en una composición de detergente para el lavado principal, el compuesto normalmente será no iónico. Para su uso en la fase de aclarado, normalmente será catiónico. Por ejemplo pueden usarse en cantidades de desde el 0,5% hasta el 35%, preferiblemente desde el 1% hasta el 30%, más preferiblemente desde el 3% hasta el 25% en peso de una composición completamente formulada, que comprende las partículas de la invención.

Compuestos suavizantes de materiales textiles catiónicos adecuados son materiales de amonio cuaternario sustancialmente insolubles en agua que comprenden una sola cadena larga de alquilo o alquenilo que tiene una longitud de cadena promedio igual o mayor de C20 o, más preferiblemente, compuestos que comprenden un grupo de cabeza polar y dos cadenas de alquilo o alquenilo que tienen una longitud de cadena promedio igual o mayor de C14. Preferiblemente, los compuestos suavizantes de materiales textiles tienen dos cadenas de alquilo o alquenilo largas que tienen cada una una longitud de cadena promedio igual o mayor de C16. Lo más preferiblemente, al menos el 50% de los grupos alquilo o alquenilo de la cadena larga tienen una longitud de cadena de C18 o mayor. Se prefiere que los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga del compuesto suavizante de materiales textiles sean predominantemente lineales.

Los compuestos de amonio cuaternario que tienen dos grupos alifáticos de cadena larga, por ejemplo, cloruro de diestearildimetil-amonio y cloruro de di(sebo endurecido-alquil)-dimetil-amonio se usan ampliamente en composiciones acondicionadoras para el aclarado disponibles comercialmente. Otros ejemplos de estos compuestos catiónicos se hallarán en "Surfactant Science Series", volumen 34. Ed. Richmond 1990, volumen 37 ed. Rubingh 1991 y volumen 53 eds. Cross y Singer 1994, Marcel Dekker Inc. Nueva York.

Los compuestos suavizantes de materiales textiles preferiblemente son compuestos que proporcionan un excelente suavizado y se caracterizan por una temperatura de transición $L\beta$ a $L\alpha$ de fusión de cadena mayor de 25 grados Celsius, preferiblemente mayor de 35 grados Celsius, lo más preferiblemente mayor de 45 grados Celsius. Esta transición $L\beta$ a $L\alpha$ puede medirse por calorimetría diferencial de barrido, tal como se define en "Handbook of Lipid Bilayers", D Marsh, CRC Press, Boca Ratón, Florida, 1990 (páginas 137 y 337). Los compuestos suavizantes de materiales textiles sustancialmente insolubles en agua se definen como compuestos suavizantes de materiales textiles que tienen una solubilidad de menos de $1 \times 10^{-3}\%$ en peso en agua desmineralizada a 20 grados Celsius. Preferiblemente, los compuestos suavizantes de materiales textiles tienen una solubilidad de menos de $1 \times 10^{-4}\%$ en peso, más preferiblemente de menos de 1×10^{-8} a $1 \times 10^{-6}\%$ en peso.

Se prefieren especialmente compuestos suavizantes de materiales textiles catiónicos que son materiales de amonio cuaternario insolubles en agua que tienen dos grupos alquilo o alquenilo C12-22 conectados a la molécula por medio de menos una unión éster, preferiblemente dos uniones éster. El cloruro de di(sebo-oxil-oxietil)dimetil-amonio y/o su análogo de sebo endurecido es un compuesto especialmente preferido de esta clase.

Un segundo tipo preferido comprende los derivados de trietanolamina (a continuación en el presente documento denominados 'TEA quats'), tal como se describe en, por ejemplo, el documento US 3.915.867. Materiales adecuados son, por ejemplo, di-sebo-éster de N-metil-N,N,N-trietanolamina o metosulfato o cloruro de di-sebo endurecido-éster de amonio cuaternario. Los ejemplos de TEA quats disponibles comercialmente incluyen Rewoquat WE18 y Rewoquat WE20, ambos parcialmente insaturados (de WITCO), Tetranyl AOT-1, completamente saturado (de KAO) y Stepantex VP 85, completamente saturado (de Stepan).

Resulta ventajoso que el material de amonio cuaternario sea biológicamente biodegradable.

También es posible incluir determinados tensioactivos catiónicos monoalquílicos que pueden usarse en las composiciones para el lavado principal de materiales textiles. Los tensioactivos catiónicos que pueden usarse incluyen sales de amonio cuaternario de fórmula general $R_1R_2R_3R_4N^+ X^-$, en la que los grupos R son cadenas hidrocarbonadas largas o cortas, normalmente grupos alquilo, hidroxialquilo o alquilo etoxilados, y X es un contraión (por ejemplo, compuestos en los que R1 es un grupo alquilo C8-C22, preferiblemente, un grupo alquilo C8-C10 o C12-C14; R2 es un grupo metilo y R3 y R4, que pueden ser iguales o diferentes, son grupos metilo o hidroxietilo); y ésteres catiónicos (por ejemplo, ésteres de colina).

La elección del compuesto activo de superficies (tensioactivo) y la cantidad presente dependerán del uso previsto de

la composición de detergente. En composiciones para el lavado de materiales textiles, pueden escogerse diferentes sistemas de tensioactivos, tal como conoce bien el formulador experimentado, para productos de lavado a mano y para productos destinados a utilizarse en diferentes tipos de lavadoras.

5 La cantidad total de tensioactivo presente dependerá también del uso final previsto y, en productos completamente formulados, puede ser tan alta como el 60% en peso, por ejemplo, en una composición para lavar materiales textiles a mano. En composiciones para el lavado de materiales textiles a máquina, generalmente resulta apropiada una cantidad de desde el 5 hasta el 40% en peso. Normalmente, las composiciones comprenderán al menos el 2% en peso de tensioactivo, por ejemplo, el 2-60%, preferiblemente, el 15-40%, lo más preferiblemente el 25-35% en peso.

10 Las composiciones de detergente adecuadas para su uso en la mayoría de las lavadoras automáticas para materiales textiles contienen generalmente tensioactivo aniónico distinto de jabón o tensioactivo no iónico, o combinaciones de los dos en cualquier razón adecuada, opcionalmente, junto con jabón. Las composiciones, cuando se usan como composiciones para el lavado principal de materiales textiles, contendrán también generalmente adyuvantes de detergencia. La cantidad total de adyuvante de detergencia en las composiciones oscilará normalmente entre el 5 y el 80% en peso, preferiblemente entre el 10 y el 60% en peso, en peso de la composición.

20 Los adyuvantes inorgánicos que pueden estar presentes incluyen carbonato de sodio, si se desea en combinación con una simiente de cristalización para el carbonato de calcio, tal como se da a conocer en el documento GB 1.437.950 (Unilever); aluminosilicatos cristalinos y amorfos, por ejemplo, zeolitas, tal como se da a conocer en el documento GB 1.473.201 (Henkel), aluminosilicatos amorfos, tal como se da a conocer en el documento GB 1.473.202 (Henkel) y aluminosilicatos cristalinos/amorfos mixtos, tal como se da a conocer en el documento GB 1.470.250 (Procter & Gamble) y silicatos estratificados, tal como se da a conocer en el documento EP 164514 B (Hoechst). Adyuvantes de fosfato inorgánico, por ejemplo, ortofosfato, pirofosfato y tripolifosfato de sodio también son adecuados para su uso con esta invención.

30 Las composiciones de la invención contienen preferiblemente un adyuvante de aluminosilicato de metal alcalino, preferiblemente sodio. Los aluminosilicatos de sodio pueden incorporarse generalmente en formulaciones de producto final en cantidades de desde el 10 hasta el 70% en peso (base anhidra), preferiblemente desde el 25 hasta el 50% en peso.

35 El aluminosilicato de metal alcalino puede ser o bien cristalino o bien amorfo o mezclas de los mismos, teniendo la fórmula general: $0,8-1,5 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,8-6 \text{ SiO}_2$.

40 Estos materiales contienen algo de agua unida y se requiere que tengan una capacidad de intercambio de iones calcio de al menos 50 mg de CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO₂ (en la fórmula anterior). Tanto los materiales cristalinos como amorfos pueden prepararse fácilmente mediante reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, tal como se describe ampliamente en la bibliografía. Se describen adyuvantes de detergencia de intercambio iónico de aluminosilicato de sodio cristalinos adecuados, por ejemplo, en el documento GB 1.429.143 (Procter & Gamble). Los aluminosilicatos de sodio preferidos de este tipo son las zeolitas A y X bien conocidas y disponibles comercialmente, y mezclas de las mismas.

45 La zeolita puede ser la zeolita 4A disponible comercialmente, ahora usada ampliamente en polvos de detergente para el lavado de ropa. Sin embargo, según una realización preferida de la invención, el adyuvante de zeolita incorporado en las composiciones de la invención es la zeolita P de máximo contenido en aluminio (zeolita MAP) tal como se describe y reivindica en el documento EP 384070 A (Unilever). La zeolita MAP se define como un aluminosilicato de metal alcalino del tipo zeolita P que tiene una razón en peso de silicio con respecto a aluminio que no supera 1,33, preferiblemente dentro del intervalo de desde 0,90 hasta 1,33 y, más preferiblemente dentro del intervalo de desde 0,90 hasta 1,20.

50 Se prefiere especialmente zeolita MAP que tiene una razón en peso de silicio con respecto a aluminio que no supera 1,07, más preferiblemente de aproximadamente 1,00. La capacidad de unión a calcio de la zeolita MAP es generalmente de al menos 150 mg de CaO por g de material anhidro.

55 Los adyuvantes orgánicos que pueden estar presentes incluyen polímeros de policarboxilato tales como poliácridatos, copolímeros acrílicos/maleicos y fosfinatos acrílicos; policarboxilatos monoméricos tales como citratos, gluconatos, oxidisuccinatos, mono-, di- y tri-succinatos de glicerol, carboximetiloxi-succinatos, carboximetiloximalonatos, dipicolinatos, hidroxietilimino-diacetatos, alquil- y alquenil-malonatos y succinatos y sales de ácidos grasos sulfonadas. Esta lista no pretende ser exhaustiva.

60 Adyuvantes orgánicos especialmente preferidos son citratos, adecuadamente usados en composiciones completamente formuladas en cantidades de desde el 5 hasta el 30% en peso, preferiblemente desde el 10 hasta el 25% en peso; y polímeros acrílicos, más especialmente copolímeros acrílicos/maleicos, adecuadamente usados en cantidades de desde el 0,5 hasta el 15% en peso, preferiblemente desde el 1 hasta el 10% en peso.

65

Los adyuvantes, tanto orgánicos como inorgánicos, están presentes preferiblemente en forma de sal de metal alcalino, especialmente sal de sodio.

5 Las composiciones que comprenden partículas según la invención también pueden contener adecuadamente un sistema de blanqueo. Las composiciones para el lavado de materiales textiles pueden contener deseablemente compuestos blanqueadores de peroxi, por ejemplo, persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos, que pueden producir peróxido de hidrógeno en disolución acuosa.

10 Los compuestos blanqueadores de peroxi adecuados incluyen peróxidos orgánicos tales como peróxido de urea y persales inorgánicas tales como los perboratos, percarbonatos, perfosfatos, persilicatos y persulfatos de metales alcalinos. Persales inorgánicas preferidas son monohidrato y tetrahidrato de perborato de sodio y percarbonato de sodio.

15 Se prefiere especialmente el percarbonato de sodio que tiene un recubrimiento protector contra la desestabilización por la humedad. El percarbonato de sodio que tiene un recubrimiento protector que comprende metaborato de sodio y silicato de sodio se da a conocer en el documento GB 2.123.044 B (Kao).

20 El compuesto blanqueador de peroxi está presente adecuadamente en un producto completamente formulado en una cantidad de desde el 0,1 hasta el 35% en peso, preferiblemente desde el 0,5 hasta el 25% en peso. El compuesto blanqueador de peroxi puede usarse conjuntamente con un activador del blanqueo (precursor del blanqueo) para mejorar la acción blanqueadora a bajas temperaturas de lavado. El precursor del blanqueo está presente adecuadamente en una cantidad de desde el 0,1 hasta el 8% en peso, preferiblemente desde el 0,5 hasta el 5% en peso.

25 Precusores del blanqueo preferidos son precusores de ácido peroxicarboxílico, más especialmente, precusores de ácido peracético y precusores de ácido pernoanoico. Precusores del blanqueo especialmente preferidos adecuados para su uso en la presente invención son N,N,N',N',tetracetil-etilendiamina (TAED) y nonanoiloxibencenosulfonato de sodio (SNOBS). También son de interés los precusores del blanqueo de amonio cuaternario y fosfonio novedosos dados a conocer en los documentos US 4.751.015 y US 4.818.426 (Lever Brothers Company) y en el documento EP 402971 A (Unilever) y los precusores del blanqueo catiónicos dados a conocer en los documentos EP 284292 A y EP 303520 A (Kao).

35 El sistema de blanqueo puede complementarse o reemplazarse por un peroxiácido. Pueden encontrarse ejemplos de tales perácidos en los documentos US 4.686.063 y US 5.397.501 (Unilever). Un ejemplo preferido es la clase imido-peroxicarboxílica de perácidos que se describen en los documentos EP-A-325288, EP-A-349940, DE 3823172 y EP 325289. Un ejemplo particularmente preferido es el ácido ftalimido-peroxicaproico (PAP). Tales perácidos están presentes adecuadamente al 0,1-12%, preferiblemente al 0,5-10%.

40 También puede estar presente un estabilizador del blanqueo (secuestrante de metales de transición) en productos completamente formulados. Los estabilizadores del blanqueo adecuados incluyen etilendiaminatetraacetato (EDTA), los polifosfonatos tales como Dequest (marca comercial) y los estabilizadores distintos de fosfato, tales como EDDS (ácido etilendiaminadisuccínico). Estos estabilizadores del blanqueo también son útiles para eliminar manchas especialmente en productos finales que contienen bajos niveles de especies blanqueadoras o ninguna especie blanqueadora.

45 Un sistema de blanqueo especialmente preferido comprende un compuesto blanqueador de peroxi (preferiblemente, percarbonato de sodio, opcionalmente junto con un activador del blanqueo) y un catalizador del blanqueo de metales de transición, tal como se describe y reivindica en los documentos EP 458397 A, EP 458398 A y EP 509787 A (Unilever).

50 Ventajosamente, en las composiciones de los agentes de beneficio de la invención, en particular, pueden emplearse componentes de perfume que son sensibles a los blanqueadores dado que la encapsulación del componente de perfume, por ejemplo, dentro de las partículas proporcionará cierto grado de protección al componente de perfume u otro agente de beneficio.

55 Las composiciones completamente formuladas también pueden contener una o más enzimas.

60 Las enzimas adecuadas incluyen proteasas, amilasas, celulasas, oxidasas, peroxidases y lipasas utilizables para su incorporación en las composiciones de detergente. Enzimas proteolíticas preferidas (proteasas) son materiales proteicos catalíticamente activos que degradan o alteran tipos de manchas proteicas cuando están presentes, como en las manchas de materiales textiles, en una reacción de hidrólisis. Pueden ser de cualquier origen adecuado, tal como por ejemplo, vegetal, animal, bacteriano o de levaduras.

65 Están disponibles enzimas proteolíticas o proteasas de diversas calidades y orígenes y que tienen actividad en diversos intervalos de pH de desde 4-12 y pueden usarse en la presente invención. Ejemplos de enzimas proteolíticas adecuadas son las subtilisinas que se obtienen de cepas particulares de *B. Subtilis*, *B licheniformis*,

tales como las subtilisinias disponibles comercialmente de Maxatase (marca comercial), tal como se suministra por Genecor International N.V., Delft, Países Bajos y Alcalase (marca comercial), tal como se suministra por Novozymes Industri A/S, Copenhagen, Dinamarca.

5 Es particularmente adecuada una proteasa obtenida de una cepa de *Bacillus* que tiene la máxima actividad en todo el intervalo de pH de 8-12, que está disponible comercialmente, por ejemplo, de Novozymes Industri A/S con los nombres comerciales registrados Esperase (marca comercial) y Savinase (marca comercial). La preparación de estas enzimas y análogas se describe en el documento GB 1.243.785. Otras proteasas comerciales son Kazusase (marca comercial obtenible de Showa Denko de Japón), Optimase (marca comercial de Miles Kali Chemie, Hannover, Alemania Occidental) y Superase (marca comercial obtenible de Pfizer de EE. UU.).

15 Se emplean comúnmente enzimas de detergencia en productos completamente formulados en forma granular en cantidades de desde el 0,1 hasta aproximadamente el 3,0% en peso. Sin embargo, puede utilizarse cualquier forma física adecuada de enzima. Ventajosamente, en las composiciones de los agentes de beneficio de la invención, pueden emplearse, por ejemplo, componentes de perfume que sean sensibles a las enzimas, dado que la encapsulación del componente de perfume (u otro agente de beneficio) dentro de las partículas proporcionará cierto grado de protección al componente de perfume (u otro agente de beneficio).

20 Las composiciones de la invención pueden contener carbonato de metal alcalino, preferiblemente sodio, con el fin de aumentar la detergencia y facilitar el procesamiento. El carbonato de sodio puede estar presente adecuadamente en productos completamente formulados en cantidades que oscilan entre el 1 y el 60% en peso, preferiblemente entre el 2 y el 40% en peso. Sin embargo, las composiciones que contienen poco o nada de carbonato de sodio también están dentro del alcance de la invención.

25 La composición de detergente completamente formulada, cuando se diluye en el agua de lavado (durante un ciclo de lavado típico) normalmente tendrá un pH del agua de lavado de desde 7 hasta 10,5 para un detergente de lavado principal.

30 Se preparan adecuadamente composiciones de detergente particuladas secando por pulverización una suspensión de componentes compatibles insensibles al calor y luego secando o dosificando posteriormente aquellos componentes inadecuados para su procesamiento mediante la suspensión. El formulador de detergentes experto no tendrá dificultades para decidir qué componentes deben incluirse en la suspensión y cuáles no. Es particularmente útil añadir las partículas de perfume de la presente invención mediante dosificación posterior.

35 Las composiciones de detergente particuladas tienen preferiblemente una densidad aparente de al menos 400 g/litro, más preferiblemente de al menos 500 g/litro. Las composiciones especialmente preferidas tienen densidades aparentes de al menos 650 g/litro, más preferiblemente de al menos 700 g/litro.

40 Tales polvos pueden prepararse o bien mediante densificación en torre posterior del polvo secado por pulverización o mediante métodos totalmente distintos de torre, tales como mezclado en seco y granulación; en ambos casos puede utilizarse ventajosamente una granuladora/mezcladora de alta velocidad. Se dan a conocer procedimientos que utilizan granuladoras/mezcladoras de alta velocidad, por ejemplo, en los documentos EP 340013 A, EP 367339 A, EP 390251 A y EP 420317 A (Unilever).

45 Pueden prepararse composiciones de detergente líquidas mezclando los componentes esenciales y opcionales de las mismas en cualquier orden deseado para proporcionar composiciones que contienen componentes en las concentraciones requeridas. Las composiciones líquidas según la presente invención también pueden estar en forma compacta, lo que significa que contendrán un menor nivel de agua en comparación con un detergente líquido convencional.

50 Con el fin de que la presente invención pueda entenderse todavía adicionalmente y llevarse a la práctica, se describirá adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos:

Ejemplos

55 Materiales usados

Las materias primas usadas en los siguientes ejemplos se resumen en la tabla 1.

60 Tabla 1: nombre, proveedor y descripción de los materiales empleados en estos ejemplos

Nombre del material	Proveedor	Descripción/función
Poli(alcohol vinílico) modificado (mPVOH); disolución al 15%	Preparado tal como se describió anteriormente	Material formador de la corteza
Dextrano, MWt: 20K	Herochem Reagent Corp	Agente de reticulación

Dextrano, MWt: 200K	Sigma-Aldrich	Agente de reticulación
Peryodato de sodio (NaIO ₄)	Sinopharm Chemical Reagent Corp.	Oxidante para preparar dextrano derivado de aldehído
Octanol	Sinopharm Chemical Reagent Corp.	Disolvente
Dodecano	Sinopharm Chemical Reagent Corp.	Disolvente
Polietilenglicol con Mw 600 (PEG-600)	Sinopharm Chemical Reagent Corp.	Disolvente
Ftalato de dietilo (DEP)	Damas-beta	Disolvente
Metilcelulosa (MC)	TCI	Agente polimérico
Hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC)	Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.	Agente polimérico
Hidroxipropilcelulosa (HPC)	TCI	Agente polimérico
Hexadecano	Aldrich	Disolvente
Poli(metacrilato de metilo) (PMMA)	Aldrich	Agente polimérico
Miristato de isopropilo (IPM)	Nagase & Co., Ltd.	Disolvente
Benzoato de alquilo C12-15 (CAB)	Onlystar Biotechnology Corp.	Disolvente

*El peso molecular y el grado de hidrólisis (saponificación) del PVOH de origen son 35.000 y el 98%, respectivamente. El grado de modificación (MD) del butiraldehído es del 10%. El documento WO 2004/031271 describe la preparación de este PVOH modificado.

- 5 Se prepararon perfumes modelo para su uso en los siguientes ejemplos, cuyas composiciones se resumen en la tabla 2.

Tabla 2: composición del perfume modelo, mostrando el componente, el proveedor y la cantidad

Componente	Cantidad (% en peso de la composición total del perfume)	Proveedor
Perfume X		
Linalool	60%	Fluka
Acetato de bencilo	30%	TCI
Limoneno	10%	TCI

10 Ejemplo 1: Preparación de cápsulas de mPVOH reticulado

Se prepararon las siguientes cápsulas:

- 15 - Cápsula 1 - reticulado con una mezcla de dextranos de 20k y 200k, según la invención.
 - Cápsula comparativa A - reticulado con glutaraldehído (un agente de reticulación comúnmente utilizado, conocido en la técnica anterior).
 20 - Cápsula comparativa B - reticulado con dextrano 20k solamente.

Se usó el siguiente método para preparar las cápsulas para su uso en estos ejemplos:

En primer lugar se preparó un dextrano derivado de aldehído tal como sigue:

- 25 Se prepararon 50 ml de una disolución acuosa al 4% de peryodato de sodio (NaIO₄) en un matraz. El pH de la disolución se ajustó a aproximadamente 3,5 añadiendo 0,5 ml de HCl 1 M y luego se protegió la disolución de la luz cubriendo el matraz con papel aluminio. Se añadieron 1,5 g de dextrano (MWt 20.000 o 200.000) al matraz y se dejó que se disolviera. Se calentó la mezcla resultante hasta 40°C con agitación durante 3 horas. Entonces se dializó la mezcla utilizando un tubo para diálisis con punto de corte de MWt 7000 durante 48 horas.

- 30 Entonces se preparó la cápsula 1, que comprendía el perfume X, usando el siguiente método:

- 35 - Se mezclaron 32 g de una disolución de mPVOH al 0,5% con 480 µl del perfume X en un matraz de una sola boca, de manera que se lograra una razón final de perfume con respecto a mPVOH de 3:1. Cualquier componente adicional tal como agentes poliméricos (por ejemplo, metilcelulosa), disolventes (por ejemplo, miristato de isopropilo) se combinaron con el perfume antes de mezclar con el PVOH.

- Entonces se homogeneizó la mezcla a 6.000 rpm durante 2 minutos. Se añadieron 0,4 ml de una disolución de dextrano derivado de aldehído (dextrano-CHO, la dosificación de CHO es de 0,08 mmol) (o glutaraldehído) al matraz y se homogeneizó adicionalmente la mezcla a 6.000 rpm durante 3 minutos para formar una emulsión.

5 - Se colocó el matraz posteriormente en un baño de agua y se calentó hasta 50°C a una velocidad de aproximadamente 1°C/min con agitación suave y se mantuvo la mezcla a 50°C durante 1,5 horas.

10 - Entonces se añadieron 500 µl de HCl 1 M para ajustar el pH a 2-3 y se agitó la mezcla resultante durante otras 4,5 horas a 50°C.

- Entonces se retiró el matraz y las cápsulas de perfume, designadas como "cápsula 1X" habían formado la mezcla.

Ejemplo 2: Propiedades de las partículas y de la dispersión de la cápsula 1 y la cápsula A

15 Se evaluaron las propiedades de tamaño de partícula, distribución de partículas y dispersión de las cápsulas.

20 Se midió la distribución del tamaño de la partícula utilizando un instrumento Mastersizer 2000 (Malvern), y se obtuvieron imágenes de las cápsulas bajo un microscopio óptico (microscopio Hirox KH77003D).

Tabla 3: Influencia del tipo de agente de reticulación sobre las propiedades de las cápsulas

Cápsula	Tamaño de partícula (µm)	Distribución del tamaño de partícula	Aglomeración
A	20	Mala	Sí
1	20	Buena	No

25 Se encontró que se produjo aglomeración durante la preparación de la cápsula comparativa A. También se encontró que el glutaraldehído inducía una rápida reacción de reticulación difícil de controlar en comparación con los aldehídos de dextrano de la presente invención.

Ejemplo 3: Evaluación de la fuga de perfume de las cápsulas

30 Se usó el siguiente método para evaluar la fuga de perfume de las cápsulas usadas en estos ejemplos:

35 Se añadieron cápsulas de perfume de mPVOH (en una cantidad que contenía 15 mg de perfume) a 2 g de formulación de lavado corporal Lux, US, disponible comercialmente entre enero y febrero de 2011, en un vial de vidrio, y se selló el vial. Entonces se incubó la mezcla a temperatura ambiente durante 7 días antes de la evaluación por SPME-CG-EM para determinar la fuga del perfume. Se prepararon 2 g de la formulación lavado corporal que contenía 15 mg de perfume libre según el patrón de calibración correspondiente al 100% de fuga. Asimismo, se preparó una escala logarítmica de concentraciones objetivo como patrones de calibración correspondientes a fuga del 1,0, el 1,8, el 3,2, el 5,6, el 10, el 18, el 32 y el 56%.

40 Todas las calibraciones, muestras y controles se midieron idealmente en la misma tanda. Se obtuvo la fuga de la cápsula de perfume en la formulación lavado corporal comparando el pico de absorción correspondiente con el de las calibraciones. Los detalles del método de SPME-CG-EM se proporcionan a continuación.

Método de SPME-CG-EM:

45 Equipo: Agilent 6890 GC, equipado con un inyector automático Agilent 5975B MS y PAL CTC.

Tiempo de incubación: 300 s.

50 Temperatura de incubación: 30°C.

Tiempo de extracción: 10 s.

Tiempo de desorción: 60 s.

55 Horno: Se mantiene a 50°C durante 1 minuto; 20°C/min hasta 180°C; 40°C/min hasta 280°C y se mantiene durante 2 minutos; 80°C/min hasta 200°C; 60°C/min hasta 140°C; 40°C/min hasta 100°C.

Tiempo de ejecución: 15 minutos.

60 Entrada: 250°C, sin división.

Portador: He, 1,0 ml/min.

Columna: DB-5MS, J&W 122-5532.

5 Modo de adquisición: SIM, m/z 71, 136, 150.

Ejemplo 4: Fuga del perfume de la cápsula 1 y la cápsula comparativa B

10 Se midió la fuga del perfume de la cápsula 1 y la cápsula comparativa B, que comprenden el perfume X en la formulación de lavado corporal, mediante SPME-CG-EM, tal como se describió anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 4 a continuación. La evaluación de la fuga se llevó a cabo después de que la muestra se incubara a la temperatura y el número de días indicados.

Tabla 4: Fuga del perfume la cápsula 1 y la cápsula comparativa B en la formulación de lavado corporal

Cápsula	Dosificación de agente de reticulación* (D20k-CHO/D200k-CHO)	Tiempo y temperatura de almacenamiento	Fuga del perfume** (%)		
			Limoneno	Linalool	Acetato de bencilo
Perfume libre (control)	--	--	100	100	100
B	0,4 ml / 0 ml	7 días 25°C	18	24	53
1	0,4 ml / 0,4 ml	20 días 25°C	13	21	26

15 * D20k-CHO: dextrano derivado de aldehído (20k); D200k-CHO: dextrano derivado de aldehído (200k); 0,2 mol/l como concentración de aldehído.

**Los componentes del perfume X se analizaron por separado.

20 Se observará que, incluso después de 20 días, la fuga de la cápsula según la invención es menor que la del ejemplo comparativo.

REIVINDICACIONES

1. Partícula que comprende:
- 5 (a) un núcleo que comprende un agente de beneficio;
- (b) una corteza, en la que la corteza comprende un poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóbicamente y reticulado, que comprende un agente de reticulación que comprende:
- 10 i) un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 50.000 Da; y
- ii) un segundo aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde más de 50.000 hasta 2.000.000 Da.
2. Partícula según la reivindicación 1, en la que la cantidad total del primer aldehído de dextrano y del segundo aldehído de dextrano es del 0,5 al 5,0% en peso, en peso total de la partícula.
- 15 3. Partícula según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que la razón del segundo aldehído de dextrano con respecto al primer aldehído de dextrano es de desde 0,1 hasta 10 en peso.
- 20 4. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que el primer aldehído de dextrano tiene un peso molecular de desde 5.000 hasta 30.000 Da; y el segundo aldehído de dextrano tiene un peso molecular de desde 100.000 hasta 500.000 Da.
5. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que el poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóbicamente se modifica con butiraldehído.
- 25 6. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que el núcleo comprende además un componente adicional seleccionado de agentes poliméricos, disolventes y mezclas de los mismos.
- 30 7. Partícula según la reivindicación 6, en la que el disolvente se selecciona de ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, PEG-600, benzoato de alquilo C12-15 y mezclas de los mismos.
8. Partícula según la reivindicación 6, en la que el agente polimérico se selecciona de hidroxipropilmetilcelulosa, metilcelulosa y mezclas de las mismas.
- 35 9. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que la partícula comprende además un auxiliar de la deposición.
10. Partícula según la reivindicación 9, en la que el auxiliar de la deposición es un polisacárido, más preferiblemente un polisacárido no iónico.
- 40 11. Partícula según cualquier reivindicación anterior, que tiene un diámetro promedio de desde 5 hasta 50 micrómetros.
- 45 12. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que el agente de beneficio es un perfume o agente antimicrobiano.
13. Composición líquida que comprende la partícula según cualquier reivindicación anterior, que comprende además:
- 50 a) un tensioactivo seleccionado de aniónico, catiónico, no iónico, zwitteriónico; y
- b) un disolvente, preferiblemente agua.
- 55 14. Composición para el cuidado del hogar o el cuidado personal que comprende al menos una partícula según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, siendo la composición preferiblemente un detergente para el lavado de ropa, un acondicionador para la ropa, un desodorante, un antitranspirante, un champú, un acondicionador para el cabello o un producto para la limpieza de la piel o el cuidado de la piel.