

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 609 237**

51 Int. Cl.:

B01J 13/14	(2006.01)
A23L 27/00	(2006.01)
B01J 13/22	(2006.01)
C09B 67/02	(2006.01)
C11D 3/50	(2006.01)
D06M 23/12	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.07.2014 PCT/EP2014/066175**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.02.2015 WO15014792**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.07.2014 E 14744342 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.09.2016 EP 3027303**

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

30 Prioridad:

30.07.2013 WO PCT/CN2013/080412
17.10.2013 EP 13189102

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.04.2017

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

JONES, CRAIG WARREN;
LI, CHANGXI y
PAN, XIAOYUN

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 609 237 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 el uso de formulaciones que comprenden los mismos. Se describirá específicamente en el presente documento con referencia a composiciones de tratamiento para el lavado de ropa pero tiene otras aplicaciones y más amplias.

Antecedentes

15 Muchas formulaciones de cuidado personal y de cuidado del hogar buscan suministrar agentes de beneficio a sustratos tales como tejidos, superficies duras, cabello y piel. Se ha propuesto la encapsulación del agente de beneficio en partículas como medio de potenciación de la administración. La encapsulación de perfumes ha generado particular interés y actividad en los últimos años.

20 La fuga del agente de beneficio de la partícula encapsulante a lo largo del tiempo es un problema conocido de muchos encapsulados. La fuga a la formulación en la que se ha incorporado la partícula de encapsulado conduce a problemas de inestabilidad así como a problemas de rendimiento. Los problemas de rendimiento incluyen no sólo la pérdida de intensidad de perfume sino también la pérdida de la sincronización del suministro de perfume.

Se conocen en la técnica encapsulados que comprenden poliamidas.

25 El documento WO 12/085864 (P&G) da a conocer una población de encapsulados, comprendiendo los encapsulados una corteza y un núcleo, comprendiendo dicha corteza un polímero de poliamida que forma una pared que encapsula dicho núcleo, comprendiendo dicho núcleo una composición de perfume. La composición de perfume comprende materiales sin procesar de perfume que tienen un ClogP de desde 2 hasta 4,5; el encapsulado tiene un diámetro de desde 1 hasta 100 micrómetros y una resistencia a la fractura de desde 0,1 hasta 5 MPa.

30 El documento US4145184 (P&G) da a conocer una composición de detergente para el lavado de ropa, comprendiendo una composición de detergente para el lavado de ropa: (a) desde el 2 hasta el 95 por ciento de un tensioactivo seleccionado del grupo que consiste en tensioactivos aniónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos, y mezclas de los mismos; y (b) una cantidad eficaz de un agente perfumante que comprende un perfume encapsulado en microcápsulas insolubles en agua, desmenuzables que tienen un tamaño promedio de desde 5 hasta 300 micrómetros. Las microcápsulas tienen un material de pared de corteza de poliamida.

40 El documento WO 09/047745 (P&G) da a conocer una composición que comprende un encapsulado que comprende un núcleo que comprende un agente de beneficio y una corteza que encapsula al menos dicho núcleo, comprendiendo además dicho encapsulado un agente de equilibrado de la densidad, siendo dicha composición un producto de consumo. El agente de beneficio del encapsulado se selecciona de perfume y la corteza comprende poliamidas.

45 El documento WO 11/056904 (P&G) da a conocer un encapsulado que comprende a) un núcleo, que comprende perfume y b) una corteza que comprende poliamidas.

Se conocen cápsulas de melamina-formaldehído pero, desfavorablemente, es necesario usarlas conjuntamente con un eliminador de formaldehído.

50 El documento US 2008 146478 (International Flavors and Fragrances Inc) da a conocer una microcápsula que comprende un material activo, un material a 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, polímero de melamina-formaldehído, 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].

60 El documento US 2004 071742 (International Flavors and Fragrances Inc) da a conocer una composición que comprende: un material de fragancia; dicho material de fragancia encapsulado por un polímero para proporcionar una fragancia encapsulada en un polímero; la fragancia encapsulada en un polímero se recubre adicionalmente mediante un polímero catiónico.

65 El documento US 2004 072719 (International Flavors and Fragrances Inc) da a conocer una composición que comprende: un material de fragancia; dicho material de fragancia encapsulado por un polímero para proporcionar una fragancia encapsulada en un polímero; la fragancia encapsulada en un polímero se recubre adicionalmente mediante 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 coacervada protectora externa. La corteza externa está formada por un polímero reticulado (poli(alcohol vinílico)).

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

10 El documento WO 2010/015493 A1 (Unilever PLC) da a conocer un procedimiento para la preparación de una micropartícula, en el que la micropartícula comprende 1) un núcleo que comprende una agente de beneficio hidrófobo y una corteza que comprende un poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóbicamente que puede reticularse.

15 Se ha determinado ahora que partículas mejoradas comprenden una corteza externa de mPVOH reticulado, producido con un agente de reticulación que comprende una mezcla de dextranos que tienen diferentes pesos moleculares y una corteza interna que comprende una poliamida (que comprende un grupo aromático) y un núcleo que comprende un perfume. El uso de las partículas de la invención da como resultado una mejora marcada en la eficacia de deposición y un correspondiente aumento perceptible por el consumidor en el suministro del beneficio.

20 Ventajosamente, las nuevas cápsulas incorporan materiales que están hechos sustancialmente de materias primas renovables, lo que ayuda a reducir el impacto medioambiental.

Breve descripción de la invención

25 Por consiguiente, en un primer aspecto, la presente invención proporciona un procedimiento para la preparación de una partícula, en el que la partícula comprende:

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

30 (b) una corteza reticulada externa, que comprende un poli(alcohol vinílico) reticulado, modificado hidrofóbicamente, que comprende un agente de reticulación que comprende un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da; y

35 (c) una corteza de poliamida interna, en el que la corteza comprende una poliamida, y en el que la poliamida comprende un grupo aromático;

en el que la corteza reticulada externa se forma antes de la formación de la corteza de poliamida interna.

40 Un segundo aspecto de la invención proporciona una partícula obtenida a partir del procedimiento del primer aspecto, en el que la partícula comprende:

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

45 (b) una corteza reticulada externa, que comprende un poli(alcohol vinílico) reticulado, modificado hidrofóbicamente, que comprende un agente de reticulación que comprende un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da; y

50 (c) una corteza de poliamida interna, en la que la corteza comprende una poliamida, y en la que la poliamida comprende un grupo aromático;

en la que la corteza reticulada externa se forma antes de la formación de la corteza de poliamida interna.

55 Un tercer aspecto proporciona una composición líquida que comprende la partícula del segundo aspecto, que comprende además:

a) al menos un tensioactivo seleccionado de tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos y zwitteriónicos; y

b) disolvente, preferiblemente agua.

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

65 Un quinto aspecto de la presente invención proporciona un método de tratamiento de un sustrato, preferiblemente en el que el sustrato se selecciona de piel, cabello y/o material textil, que incluye la etapa de tratar el sustrato con una

composición que comprende partículas según el segundo aspecto de la invención.

Descripción detallada de la invención

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

10 Excepto en los ejemplos de funcionamiento y comparativos, o cuando se indique explícitamente lo contrario, todos los números en esta descripción que indican cantidades o razones de material o condiciones de reacción, propiedades físicas de materiales y/o uso han de entenderse como modificados por la palabra “aproximadamente”.

15 Cuando se da a conocer una característica con respecto a un aspecto particular de la invención (por ejemplo, una partícula de la invención), ha de considerarse también que tal divulgación se aplica a cualquier otro aspecto de la invención (por ejemplo, un procedimiento de la invención) cambiando lo que se deba cambiar.

La partícula

20 El núcleo se forma normalmente en una región interna de la partícula y proporciona un sumidero para el agente de beneficio. Las “cortezas” interna y externa protegen el agente de beneficio y regulan el flujo de agente de beneficio dentro y fuera del núcleo.

Tamaño de partícula

25 El experto habitual en la técnica sabrá cómo medir la distribución de 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 desde 25 hasta 35 y lo más preferiblemente 30 micrómetros.

El núcleo

30 El núcleo comprende uno o más agentes de beneficio hidrófobos, preferiblemente un agente de beneficio organoléptico, por ejemplo, un aroma o una fragancia (los términos “fragancia” y “perfume” se usan de manera intercambiable en el presente documento).

El agente de beneficio

40 Diversos agentes de beneficio pueden incorporarse en las partículas. Cuando el uso final de las partículas está en conexión 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 están en el campo del lavado de ropa, por ejemplo, agentes de beneficio de materiales textiles y agentes de beneficio que proporcionan un beneficio a un medio de lavado y/o aclarado de ropa. Como alternativa, 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 almacenamiento de una formulación y una liberación controlable del agente de beneficio durante y después del uso del producto.

50 Durante el procedimiento de la invención, el agente de beneficio hidrófobo se emulsiona preferiblemente mediante mPVOH. Si el agente de beneficio es sólido, debe disolverse en primer lugar en aceite antes de su uso.

55 Los ejemplos preferidos incluyen aromas, fragancias, enzimas, antiespumantes, agentes que fluorescen, pigmentos y/o tintes de sombreado, agentes acondicionadores (por ejemplo, materiales de amonio cuaternario insolubles en agua y/o siliconas), filtros solares, ceramidas, antioxidantes, agentes reductores, secuestrantes, aditivos de cuidado del color, polímeros de igualación de la densidad, fotoblanqueadores, lubricantes, aceites insaturados, emolientes/humectantes y agentes antimicrobianos, los más preferidos son fragancias y agentes antimicrobianos.

60 Los agentes antimicrobianos preferidos incluyen Triclosan™, climbazol, octapirox, ketoconizol, piritona de zinc y compuestos de amonio cuaternario.

65 Filtros solares y/o agentes de aclaramiento de 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 de aclaramiento de la piel pueden incluirse ventajosamente en la composición de aclaramiento de la piel para proporcionar efectos de aclaramiento de la piel adicionales. Éstas 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 vitamina B6. Otros

ejemplos no limitativos de agentes de aclaramiento de 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-difenilpropano, ácido 2,5-dihidroxibenzoico y sus derivados, 2-(4-acetoxifenil)-1,3-ditano, 2-(4-hidroxifenil)-1,3-ditano, ácido elágico, 1-ascorbato de glucopiranosilo, 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-hidroxibenzoico, ácido hidroxicaprílico, ascorbato de inositol, ácido kójico, ácido láctico, extracto de limón, ácido linoleico, ascorbilfosfato de magnesio, ácido 5-octanoilsalicílico, 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 p-metoxicinnamato de 2-etilhexilo, butilmetoxidibenzoilmetano, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octildimetil-p-aminobenzoico y mezclas de los mismos. Un filtro solar particularmente preferido se elige de hexil-p-metoxicinnamato de 2-etilo, 4,-t-butil-4'-metoxidibenzoil-metano o mezclas de los mismos. Otros agentes de filtro solar convencionales que son adecuados para su uso en las composiciones de la invención incluyen 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octildimetil-p-aminobenzoico, trioleato de digalaoilo, 2,2-dihidroxi-4-metoxibenzofenona, 4-(bis(hidroxiopropil))aminobenzoato de etilo, 2-ciano-3,3-difenilacrilato de 2-etilhexilo, salicilato de 2-etilhexilo, p-aminobenzoato de glicerilo, salicilato de 3,3,5-trimetilciclohexilo, antranilato de metilo, ácido p-dimetilaminobenzoico o aminobenzoato, p-dimetil-amino-benzoato de 2-etilhexilo, ácido 2-fenilbencimidazol-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 puede ser, por ejemplo, un lípido alimentario. Los lípidos alimentarios contienen normalmente unidades estructurales con hidrofobicidad pronunciada. 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 mono-, di-, triacilgliceroles, fosfolípidos, glicolípidos, lípidos de diol, ceras, ésteres de esteroles y tocoferoles. En su estado natural, los lípidos vegetales comprenden antioxidantes para impedir su oxidación. Aunque estos pueden eliminarse al menos en parte durante el aislamiento de aceites de plantas, pueden permanecer algunos antioxidantes. 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 damscenonas. Los lípidos alimentarios de profragancia preferidos incluyen aceite de oliva, aceite de palma, aceite de canola, escualeno, aceite de semilla de girasol, aceite de germen de trigo, aceite de almendras, aceite de coco, aceite de pepitas de uva, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de cártamo, aceite de cacahuete, aceite de semillas de amapola, aceite de palmiste, 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. Se describen en detalle adicional a continuación componentes de perfume que son materiales odoríferos.

El perfume está presente normalmente en una cantidad de desde el 10-85% 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 ser de peso molecular superior, siendo normalmente de 1-10 kD.

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

Por perfume en este contexto no sólo quiere decirse una fragancia de producto completamente formulada, sino también componentes seleccionados de esa fragancia, particularmente los que son propensos a pérdida, tales como las denominadas "notas superiores".

Las notas superiores se definen por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1995]). Los ejemplos de notas superiores bien conocidas incluyen aceites de cítricos, linalool, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. Las notas superiores comprenden normalmente el 15-25% 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 estaría presente al menos el 20% en peso 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-gamma-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 fenúlico, 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 octílico, 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 La corteza interna

La corteza interna comprende una poliamida, que comprende un grupo aromático.

40 El polímero de poliamida puede comprender al menos un monómero miscible con agua y un monómero orgánico inmisible con agua.

45 El monómero miscible con agua puede comprender un material seleccionado del grupo que consiste en una diamina, una triamina y mezclas de las mismas. Las propias diaminas y triaminas pueden seleccionarse del grupo que consiste en dietilentriamina, hexametilendiamina, etilendiamina y mezclas de las mismas.

50 El monómero orgánico inmisible con agua puede seleccionarse del grupo que consiste en cloruros de diacilo, cloruros de triacilo y mezclas de los mismos. Los cloruros de diacilo pueden seleccionarse del grupo que consiste en dicloruro de sebacoilo, dicloruro de adipoilo, y mezclas de los mismos y dichos cloruros de triacilo pueden seleccionarse del grupo que consiste en cloruro de tereftaloilo, cloruro de trimesoilo, cloruro de acetilo, cloruro de benzoilo, cloruro de 1,3,5-bencentricarbonilo, y mezclas de los mismos.

En una realización, dicho polímero de poliamida puede comprender dos o más monómeros miscibles con agua.

55 La corteza externa

60 La corteza externa comprende un aldehído de dextrano (también denominado en el presente documento "primer aldehído de dextrano") que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da, preferiblemente desde 5.000 hasta 1.000.000 Da, incluso más preferiblemente desde 10.000 hasta 500.000 Da, todavía más preferiblemente desde 15.000 hasta 250.000 Da.

65 En una realización preferida, la corteza externa comprende además un segundo aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde más de 50.000 hasta 2.000.000 Da, preferiblemente desde 75.000 hasta 1.000.000, incluso más preferiblemente desde 100.000 hasta 500.000 Da, todavía más preferiblemente desde 150.000 hasta 300.000, lo más preferiblemente 200.000 Da. En esta realización, se prefiere que el primer aldehído de dextrano tenga un peso molecular de desde 2.000 hasta 50.000 Da, preferiblemente desde 5.000 hasta 30.000 Da, incluso

más preferiblemente desde 10.000 hasta 25.000 Da, todavía más preferiblemente desde 15.000 hasta 22.000, lo más preferiblemente 20.000 Da. En esta realización, la razón en p/p preferida del segundo aldehído de dextrano con respecto al primer aldehído de dextrano está adecuadamente en el intervalo de desde 0,1 hasta 10, preferiblemente desde 0,5 hasta 5 y lo más preferiblemente desde 1 hasta 2.

5 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.

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

El aldehído de dextrano se usa ventajosamente en una cantidad de desde el 2,0 hasta el 5,0% en peso, preferiblemente del 2,8 al 3,0% en peso; dando como resultado cápsulas uniformes y regulares.

15 La cantidad total de aldehído de dextrano es preferiblemente de desde el 0,5 hasta el 5,0% en peso, más preferiblemente desde el 1,0 hasta el 3,5% en peso, lo más preferiblemente del 2,0 al 3,0% en peso, en peso total de la partícula.

20 El mPVOH (poli(alcohol vinílico) modificado)

Se encontró que la cantidad de mPVOH inflúa en la preparación de las cápsulas. Sólo podían obtenerse cápsulas uniformes y regulares a concentraciones de mPVOH apropiadas.

25 La concentración preferida de mPVOH para la preparación de las cápsulas de la invención está en el intervalo de desde el 0,01 hasta el 3% en peso, más preferiblemente desde el 0,05 hasta el 2% en peso, lo más preferiblemente desde el 0,4 hasta el 0,6% en peso, en peso de la disolución de mPVOH. Por debajo de esta cantidad, la gotita de perfume no se emulsionaba completamente. A cantidades mayores que esta, las cápsulas resultantes se agregaban debido a una superior probabilidad de reticulación entre cápsulas.

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

35 El mPVOH comprende una cadena de alquilo, por lo general, de entre C_3 y C_{18} . 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.

40 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.

45 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%.

50 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.

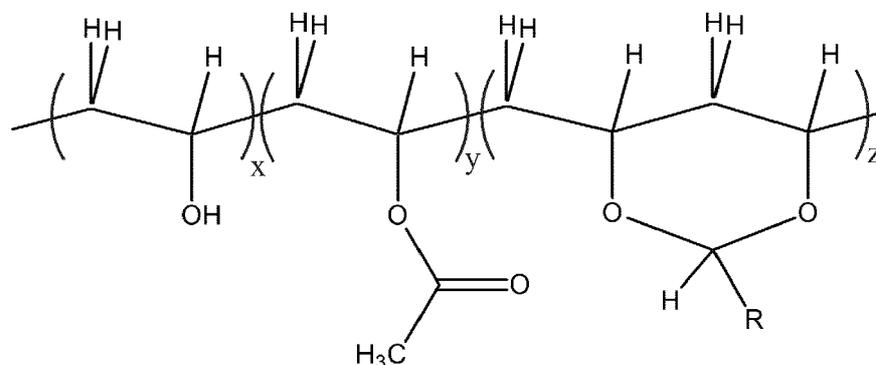
55 Los polímeros basados en poli(alcoholes vinílicos) preferidos para su uso en el presente documento tienen un peso molecular promedio de desde 1000 hasta 300.000, preferiblemente de desde 2000 hasta 100.000, lo más preferiblemente de desde 2000 hasta 75.000. La hidrólisis o alcoholisis se define como 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 de desde el 60-99% de la resina formadora de película a base de PVOH, mientras un intervalo de hidrólisis más preferido es de desde aproximadamente el 88-99%. 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 presente documento.

60 Los polímeros de PVOH preferidos tienen preferiblemente un grado de saponificación promedio dentro del intervalo de desde el 70 hasta el 99%, y una viscosidad como una disolución al 7% dentro del intervalo de 100 a 5000 mPas a temperatura ambiental medida a una velocidad de cizalladura de 20 s^{-1} .

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.

5

Un polímero particularmente preferido para su uso en la presente invención se representa mediante la fórmula:



10 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 1-20%, 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.

15

Más preferiblemente, R es un grupo alquilo que tiene de 3 a 6 átomos de carbono. Lo más preferiblemente, R es C_3H_7 .

Auxiliares de deposición

20

La partícula comprende opcionalmente un auxiliar de deposición. En realizaciones particularmente preferidas, el auxiliar de deposición es sustantivo 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.

25

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 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.

30

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), arabinoxilano (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 arábiga, agar, alginatos, carragenano, quitosano, clavano, ácido hialurónico, heparina, inulina, celodextrinas, celulosa, derivados de celulosa y mezclas de los mismos.

45

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.

50

Preferiblemente el polisacárido es una celulosa, un derivado de celulosa u otro polisacárido con unión β -1,4 que tenga afinidad por 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.

5 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
10 ácidos fumárico, malónico, itacónico, oxálico, maleico, succínico, tartárico, aspártico, glutámico y málico.

Entre tales auxiliares de la deposición hidrolizables preferidos para la sustentividad a algodón está el mono-acetato de celulosa.

15 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 oxialquileo de estos auxiliares de la deposición tendrán un grado de polimerización de desde 1 hasta aproximadamente 400, aunque pueden usarse
20 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).

25 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
30 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 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.

40 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.

45 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-propilenoxilo 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.

55 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.

60 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:

65 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 niveles 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.

5 Los auxiliares de la deposición se añaden generalmente a la fase acuosa hacia el final del procedimiento, cuando, por ejemplo, puede(n) añadirse monómero(s) adicional(es) para formar material de corteza adicional y unir materiales adicionales al exterior de la partícula.

10 El auxiliar de la deposición puede añadirse al final de la fase posterior (preferiblemente tras enfriar), cuando por ejemplo, también se añade material que forma la corteza adicional (por ejemplo, un monómero de acrilato) para unir el auxiliar de la deposición a la superficie externa de la partícula mediante la formación de material de corteza adicional que atrapa una parte del adyuvante de la deposición y conduce a una partícula “peluda” en la que el “pelo” comprende el adyuvante de la deposición.

15 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, y la corteza generalmente es el 5% en peso o más de la masa de la partícula.

Realizaciones particularmente preferidas

20 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 la deposición de polisacárido exterior a la corteza. Las partículas especialmente preferidas tienen un tamaño de partícula de 5-50 micrómetros.

Uso en productos:

25 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.

30 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.

35 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.

40 Puede incluirse más de un principio activo. Para algunas aplicaciones, puede usarse una mezcla de principios activos.

Preferiblemente, está presente al menos uno, por ejemplo de desde 2 hasta 4, tensioactivos seleccionados de tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos y zwitteriónicos.

45 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.

50 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 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).

- 5 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.

10 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.

15 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 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.

25 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.

30 Los compuestos suavizantes de materiales textiles preferiblemente son compuestos que proporcionan un excelente suavizado y se caracterizan por una temperatura de transición $L \bullet$ a $L \bullet$ 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 $L \bullet$ a $L \bullet$ 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).

35 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.

40 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.

45 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).

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

55 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).

60 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 164.514B (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.

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

35 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 SiO_2 (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 384.070A (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 sulfonatadas. 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.

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.

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.

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 044B (Kao).

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.

Precursores del blanqueo preferidos son precursores de ácido peroxicarboxílico, más especialmente, precursores de ácido peracético y precursores de ácido pernoanoico. Precursores 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 precursores 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 402 971 A (Unilever) y los precursores del blanqueo catiónicos dados a conocer en los documentos EP 284 292A y EP 303 520A (Kao).

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 325 288, EP A 349.940, DE 382 3172 y EP 325 289. Un ejemplo particularmente preferido es el ácido ftalimido-peroxicaproico (PAP). Tales perácidos están presentes adecuadamente al 0,1-12%, preferiblemente al 0,5-10%.

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.

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 458 397A, EP 458 398A y EP 509 787A (Unilever).

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.

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

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.

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 subtilisinas 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, Copenhague, Dinamarca.

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.).

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).

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.

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.

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.

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.

Tales polvos pueden prepararse o bien mediante densificación en torre posterior del polvo secado por pulverización o mediante métodos completamente 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 340 013A, EP 367 339A, EP 390 251A y EP 420 317A (Unilever).

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.

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

Materiales usados

Los materiales de partida usados en los siguientes ejemplos se resumen en la tabla 1.

Tabla 1: Nombre, proveedor y descripción de los materiales usados en estos ejemplos.

Material	Proveedor	Descripción/función
Dietilentriamina (DETA)	Alfa Acesar	Amina reactiva para formar la corteza de poliamida.
Cloruro de tereftaloilo	Aldrich	Cloruro de ácido reactivo para formar la corteza de poliamida.
Poli(alcohol vinílico) modificado	Síntesis descrita a continuación	Material formador de la corteza

(mPVOH); Mowiflex, disolución al 15% en peso.		
Dextrano, MWt de 20 K	Herochem Reagent Corp	Agente de reticulación
Peryodato de sodio (NaIO ₄)	Sinopharm Chemical Reagent Corp.	Oxidante para preparar dextrano derivado de aldehído
PVA (5-88)	Kuraray	Estabilizador de coloides de poli(alcohol vinílico)
Limoneno	TCI	Perfume

Preparación de mPVOH

5 Se preparó una disolución al 10% en peso de PVOH en agua colocando 100 g de PVOH (Mowiol 20-98 (nombre comercial), de Kuraray Specialities) y 900 g 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 entonces se añadió butiraldehído a una cantidad del 10% basándose en el peso total del polímero. Entonces se agitó la mezcla a 70°C durante 5 horas bajo una atmósfera inerte, tiempo tras el cual se detuvo el calentamiento y se continuó la agitación durante 20 horas adicionales a temperatura ambiente. Entonces se llevó la mezcla de reacción hasta un pH de 7 usando una disolución de hidróxido de sodio.

15 Se precipitó la disolución resultante 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 la noche para producir un polímero blanco.

Se prepararon las siguientes cápsulas:

Cápsula híbrida 1 - Cápsula híbrida de poliamida-mPVOH.

20 Cápsula híbrida 2 - Cápsula híbrida de poliamida-mPVOH, producida según la invención.

Cápsula comparativa A - una cápsula de perfume de poliamida

25 Cápsula comparativa B - cápsula de mPVOH reticulado con dextrano

Se usaron los siguientes métodos para preparar las cápsulas para su uso en estos ejemplos:

I) Preparación de cápsula de perfume de poliamida (cápsula comparativa A)

30 Se preparó la cápsula comparativa A, que comprende el perfume limoneno usando el siguiente método:

Etapa 1: Se prepararon los siguientes líquidos:

35 Líquido A: se mezclaron 2,4 ml de perfume (limoneno) y 0,27 g de cloruro de tereftaloilo hasta que el cloruro de tereftaloilo se disolvió para obtener un líquido aceitoso.

Disolución de agua B: se prepararon 30 ml de agua desionizada que contenía el 1% en peso de PVA (5-88) y se ajustó el pH al valor deseado usando NaOH 1 M.

40 Disolución de agua C: se disolvieron 3,9 ml de DETA en 6 ml de agua desionizada.

45 Etapa 2: Entonces se añadió el líquido A a la disolución B con homogeneización a 6000 rpm y se emulsionó la mezcla durante 5 min. Entonces se añadió la disolución C gota a gota en la emulsión y se continuó la homogeneización durante 10 min. Se dejó envejecer la suspensión resultante de cápsulas de poliamida, denominadas "cápsula comparativa A" durante 24 h para obtener la suspensión de cápsulas para su uso en los siguientes ejemplos.

II) Preparación de cápsula de mPVOH reticulado con dextrano (cápsula comparativa B)

50 Preparación de agente de reticulación de dextrano

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

55 Se prepararon 50 ml de una disolución acuosa al 4% de peryodato de sodio (NaIO₄) en un matraz. Se ajustó el pH de la disolución hasta aproximadamente 3,5 añadiendo 0,5 ml de HCl 1 M y entonces se protegió la disolución de la luz cubriendo el matraz con una lámina de aluminio. Se añadieron 1,5 g de dextrano (MWt de 20.000) al matraz y se dejó disolver. Se calentó la mezcla resultante hasta 40°C con agitación durante 3 h. Entonces se dializó la mezcla

utilizando un tubo de diálisis con un MWt de corte de 7000 durante 48 h. Entonces el material resultante estuvo listo para su uso como agente de reticulación.

Entonces se preparó la cápsula comparativa B, que comprendía perfume de limoneno, usando el siguiente método:

- 5
- Se mezclaron 32 g de disolución de mPVOH al 0,5% con 480 µl de perfume de limoneno en un matraz de una sola boca de manera que se consiguió una razón final de perfume con respecto a mPVOH de 3:1.
- 10
- Entonces se emulsionó la mezcla mediante homogeneización a 6000 rpm durante 5 min. Entonces se colocó el matraz 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 5 min.
- 15
- Se añadieron 0,4 ml de agente de reticulación de dextrano, tal como se preparó anteriormente, (es decir, disolución de dextrano derivado de aldehído (20 k) (la concentración de CHO fue de 0,2 mol/l)) al matraz y se mantuvo la mezcla a 50°C durante 1,5 h adicionales.
- 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 h a 50°C.
- 20
- Entonces se retiró el matraz y las cápsulas de perfume, denominadas "cápsula comparativa B", se habían formado en la mezcla.

III) Preparación de poliamida híbrida-mPVOH (cápsulas híbridas 1)

- 25
- En primer lugar se preparó una cápsula de perfume de poliamida, que comprendía perfume de limoneno, de la misma manera que se describió anteriormente para la preparación de la cápsula comparativa A.

Se siguieron las siguientes etapas con el fin de retirar cualquier DETA sin reaccionar de la suspensión de cápsulas de poliamida resultante.

- 30
- Se centrifugó la suspensión durante 10 min a 1000 rpm. Entonces se retiraron 28 ml de agua transparente en el fondo del tubo usando un inyector de aguja larga.
- 35
- Se diluyó la suspensión restante hasta 42 ml con agua desionizada.
 - Se repitieron las etapas anteriores de centrifugación y dilución 6 veces.
 - Se ajustó el pH de la suspensión de poliamida final a 7 usando HCl.

- 40
- Entonces se preparó la cápsula híbrida tal como sigue, usando la cápsula de poliamida lavada como simiente.

- Se combinaron 21 ml de suspensión de cápsulas de poliamida lavada con 32 g de disolución de mPVOH al 0,5% en un matraz de una sola boca con agitación.
- 45
- Entonces se colocó el matraz 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 5 min.
- 50
- Se añadieron 0,4 ml de agente de reticulación de dextrano, tal como se preparó anteriormente, (es decir, disolución de dextrano derivado de aldehído (20 k) (la concentración de CHO fue de 0,2 mol/l)) al matraz y se mantuvo la mezcla a 50°C durante 1,5 h adicionales.
- 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 h a 50°C.
- 55
- Entonces se retiró el matraz y se encontraron las cápsulas híbridas formadas en la mezcla.

IV) Preparación de poliamida híbrida-mPVOH (cápsula híbrida 2)

- 60
- Se mezclaron 1,2 ml de perfume (limoneno) y 0,135 g de cloruro de tereftaloílo hasta que el cloruro de tereftaloílo se disolvió para obtener un líquido aceitoso.
- Entonces se añadió el líquido aceitoso así obtenido a 32 g de disolución de mPVOH al 0,5% en un matraz de una sola boca con agitación.
- 65
- Entonces se emulsionó la mezcla mediante homogeneización a 6000 rpm durante 2 min.

- Se añadieron 0,4 ml de agente de reticulación de dextrano, tal como se preparó anteriormente, (es decir, disolución de dextrano derivado de aldehído (20 k) (la concentración de CHO fue de 0,2 mol/l)) a la emulsión y se homogeneizó la mezcla adicionalmente a 6000 rpm durante 3 min.
- Entonces se colocó el matraz en un baño de agua y se calentó hasta 50°C a una velocidad de aproximadamente 1°C/min con agitación suave.
- Entonces se añadieron 500 µl de HCl 1 M para ajustar el pH a 2-3 y se agitó la mezcla resultante durante otra 1 h a 50°C.
- Se disolvieron 1,95 ml de DETA en 3 ml agua desionizada y se añadieron gota a gota en la emulsión.
- Se agitó la mezcla resultante durante otras 2 h a 50°C.
- Entonces se retiró el matraz y se encontraron las cápsulas híbridas formadas en la mezcla.

Ejemplo 2: Estabilidad en almacenamiento de la cápsula híbrida 1 y la cápsula híbrida 2

Se almacenaron las cápsulas híbridas 1 y 2 a temperatura ambiental durante un periodo de 1 mes.

Se observaron las cápsulas bajo un microscopio óptico (microscopio KH7700 3D de Hirox) antes y después del almacenamiento para evaluar los niveles de rotura y agregación.

Tabla 1: Aspecto de la cápsula antes y después del almacenamiento.

Cápsula	Aspecto de la cápsula recién preparada	Aspecto de la cápsula después del almacenamiento
1	Bueno, sin agregación	Seramente rota
2	Bueno, sin agregación	Intacta

Se encontró que las cápsulas híbridas 2 tenían una estabilidad en almacenamiento superior en comparación con las cápsulas híbridas 1.

Ejemplo 3: Efecto del secado sobre las cápsulas híbridas 2, la cápsula comparativa A y la cápsula comparativa B

Se sometieron la cápsula híbrida 2, la cápsula comparativa A y la cápsula comparativa B a un procedimiento de secado, en el que se hizo gotear una gota de suspensión de cápsulas sobre un portaobjetos de vidrio y entonces secando de manera natural durante 20 min a temperatura ambiente.

Se observaron las cápsulas bajo un microscopio óptico (microscopio KH7700 3D de Hirox) tras el secado para evaluar el nivel de rotura inducido por el procedimiento de secado.

Tabla 2: Aspecto de la cápsula tras el secado.

Cápsula	Aspecto de la cápsula tras el secado
2	Intacta
A	Rota
B	Intacta

Se observará que las cápsulas híbridas 2 tenían buena resistencia al secado.

Ejemplo 4: Evaluación de la fuga de perfume de la cápsula híbrida 2, la cápsula comparativa A y la cápsula comparativa B

Se usó el siguiente método para evaluar la fuga de perfume de la cápsula híbrida 2, la cápsula comparativa A y la cápsula comparativa B:

Se añadieron cápsulas (en una cantidad que contenía 15 mg de perfume) a 2 g de una formulación de lavado corporal Lux, US., disponible comercialmente de enero a febrero de 2011, en un vial de vidrio, y se selló el vial. Entonces se incubó la mezcla a 37°C durante 10 días antes de la evaluación por SPME-CG-EM para determinar la fuga del perfume. Se prepararon 2 g de la formulación de lavado corporal que contenía 15 mg de perfume libre como 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%.. Todas las calibraciones, muestras y controles se midieron idealmente en la misma ejecución.

Se obtuvo la fuga de la cápsula de perfume en la formulación de 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:

Equipo: CG 6890 de Agilent equipado con EM 5975B de Agilent e inyector automático PAL de CTC

Tiempo de incubación: 300 s

Temperatura de incubación: 30°C

Tiempo de extracción: 10 s

Tiempo de desorción: 60 s

Horno: 50°C mantener 1 min, 20°C/min hasta 180°C, 40°C/min hasta 280°C y mantener durante 2 min, 80°C/min hasta 200°C, 60°C/min hasta 140°C, 40°C/min hasta 100°C,

Tiempo de ejecución: 15 min

Entrada: 250°C, no fraccionado

Portador: He, 1,0 ml/min

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

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

Tabla 3: Fuga de perfume de la cápsula híbrida 2, la cápsula comparativa A y la cápsula comparativa B en formulación de lavado corporal.

Cápsula	Fuga de perfume (limoneno) (%)
2	82
A	88
B	71

Se prepararon 2 g de formulación de lavado corporal que contenía 15 mg de perfume libre como patrón de calibración correspondiente al 100% de fuga.

Se observará que las cápsulas híbridas 2 experimentan menos fuga que la cápsula comparativa A.

En general, las cápsulas de la invención presentan una combinación única de estabilidad en almacenamiento, robustez al secado y baja fuga de perfume.

Ejemplo 5: Evaluación de la frescura a largo plazo de la cápsula híbrida 2 y perfume libre comparativo.

Se homogeneizaron 1,2 ml de perfume limoneno y 37,7 ml de disolución de mPVOH al 0,01%, y la mezcla resultante se denominó perfume libre comparativo.

Se usó el siguiente método para evaluar la frescura a largo plazo de la cápsula híbrida 2 y el perfume libre comparativo:

Se hicieron gotear 0,5 ml de cápsula híbrida 2 (en una cantidad que contenía 13 mg de perfume) o 0,5 ml de perfume libre comparativo (en una cantidad que contenía 13 mg de perfume) sobre un trozo (6x6 cm) de una lámina de material textil de poliéster tejido. Se colgó la lámina de material textil y se dejó secar de manera natural a temperatura ambiente durante periodos de 10 min, 20 min, 30 min, 40 min o 120 min. Entonces se puso el material textil en 10 ml de acetona y se sonicó durante 90 s (modo de pulso circulatorio incluyendo 2 segundos de funcionamiento y 5 segundos de suspensión). Entonces se evaluó la cantidad de perfume en acetona utilizando CG-FID.

Método de CG-FID:

Aparato: HP 6890 plus+

ES 2 609 237 T3

Horno: inicial 40°C, mantener 1 min, 10°C/min hasta 200°C y mantener 2 min

Tiempo de ejecución: 19 min

5

Entrada: 220°C

Razón de fraccionamiento: 50:1

10 Detector: 230°C

Columna: 19091S-133 de Agilent, HP-INNOWax, polietilenglicol

Portador: helio

15

Velocidad de flujo: 1,0 ml/min

Tabla 4: Frescura a largo plazo de la cápsula híbrida 2 y perfume libre comparativo.

Tiempo de secado (min)	El perfume mantenido sobre el sustrato tras el secado	
	Perfume libre	Cápsula híbrida 2
0	100%	100%
10	75%	97%
20	74%	93%
30	67%	91%
40	52%	72%
120	25%	49%

20

Puede observarse que la cápsula híbrida 2 mostró mejor frescura a largo plazo que el perfume libre comparativo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una partícula, en el que la partícula comprende:
 - 5 (a) un núcleo que comprende un agente de beneficio hidrófobo;
 - (b) una corteza reticulada externa, que comprende un poli(alcohol vinílico) reticulado, modificado hidrofóticamente, que comprende un agente de reticulación que comprende un primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da; y
 - 10 (c) una corteza de poliamida interna, en el que la corteza comprende una poliamida, y en el que la poliamida comprende un grupo aromático;

en el que la corteza reticulada externa se forma antes de la formación de la corteza de poliamida interna.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende las etapas de:
 - i) formar una emulsión que comprende
 - 20 a) una fase de aceite que comprende el agente de beneficio hidrófobo y un monómero reactivo que comprende un grupo aromático; y
 - b) una fase de agua que comprende un poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóticamente;
 - 25 ii) añadir el primer aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da de manera que se produce la reticulación del poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóticamente para formar la corteza reticulada externa; y
 - 30 iii) añadir una amina reactiva de manera que el monómero reactivo en la fase de aceite experimenta polimerización para formar la corteza de poliamida interna.
- 35 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el primer aldehído de dextrano tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 50.000 Da, y la corteza reticulada externa comprende además un segundo aldehído de dextrano que tiene un peso molecular de desde más de 50.000 hasta 2.000.000.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que la razón en p/p del segundo aldehído de dextrano con respecto al primer aldehído de dextrano está en el intervalo de desde 0,1 hasta 10.
- 40 5. Procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que la partícula comprende además un auxiliar de deposición.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el auxiliar de deposición es un polisacárido, más preferiblemente un polisacárido no iónico.
- 45 7. Procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que la partícula tiene un diámetro promedio de desde 5 hasta 50 micrómetros.
8. Procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que el agente de beneficio es una fragancia, un compuesto antimicrobiano o una mezcla de los mismos.
- 50 9. Procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que la poliamida comprende al menos un monómero miscible con agua y un monómero orgánico inmiscible con agua.
- 55 10. Procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que el poli(alcohol vinílico) modificado hidrofóticamente se modifica con butiraldehído.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que el núcleo comprende además un componente adicional seleccionado de un agente polimérico, un disolvente y mezclas de los mismos.
- 60 12. Partícula obtenida a partir del procedimiento según cualquier reivindicación anterior, en el que la partícula comprende:
 - (a) un núcleo que comprende un agente de beneficio hidrófobo;
 - 65 (b) una corteza reticulada externa, que comprende un poli(alcohol vinílico) reticulado, modificado hidrofóticamente, que comprende un agente de reticulación que comprende un primer aldehído de

dextrano que tiene un peso molecular de desde 2.000 hasta 2.000.000 Da; y

(c) una corteza de poliamida interna, en la que la corteza comprende una poliamida, y en la que la poliamida comprende un grupo aromático;

- 5 en la que la corteza reticulada externa se forma antes de la formación de la corteza de poliamida interna.
13. Composición líquida que comprende la partícula según la reivindicación 12, que comprende además:
- 10 a) al menos un tensioactivo seleccionado de tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos y zwitteriónicos; y
- b) disolvente, preferiblemente agua.
- 15 14. Composición para el cuidado personal o el cuidado del hogar que comprende al menos una partícula según la reivindicación 12, siendo la composición preferiblemente un detergente para el lavado de ropa, acondicionador para el lavado de ropa, desodorante, antitranspirante, champú, acondicionador para el cabello o producto de limpieza de la piel o cuidado de la piel.
- 20 15. Método de tratamiento de un sustrato, preferiblemente en el que el sustrato se selecciona de piel, cabello y/o material textil, que incluye la etapa de tratar el sustrato con una composición que comprende partículas según la reivindicación 12.