

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 612 582**

51 Int. Cl.:

B01J 13/14 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.04.2010** **PCT/EP2010/054791**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.10.2010** **WO10119020**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2010** **E 10713456 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.10.2016** **EP 2419205**

54 Título: **Sistema portador para sustancias odorizantes**

30 Prioridad:

17.04.2009 EP 09158186

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

17.05.2017

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DT

72 Inventor/es:

LAUBENDER, MATTHIAS;
BENLAHMAR, OUIDAD y
ETTL, ROLAND

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 612 582 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

Sistema portador para sustancias odorizantes

5 La presente invención hace referencia a un sistema portador para sustancias odorizantes, a su producción y a la utilización del sistema portador en distintas áreas técnicas.

10 Para la protección de compuestos químicos valiosos tales como colorantes, medicamentos, plaguicidas, enzimas, pero también fragancias o sustancias odorizantes, durante el almacenamiento, antes de la utilización prevista, se considera y se practica cada vez más la utilización de microcápsulas. Las microcápsulas mencionadas permiten proporcionar la sustancia activa distribuida de forma relativamente homogénea en una mezcla de utilización, sin tener que exponerla a los otros componentes durante el almacenamiento. Seleccionando de forma adecuada la cubierta de la cápsula, de este modo, entre otras cosas, puede lograrse también una liberación retardada.

15 De este modo, por ejemplo en la solicitud EP 0 457 154m, se describe una cubierta de polímero, más precisamente compuesta por un 30 a un 100 % en masa de ésteres alquílicos de ácido acrílico o de ácido metacrílico, y por un 0 a un 80 % en masa de un monómero bifuncional o polifuncional, así como por 0 a 40 % en masa de otros monómeros vinílicos, para encapsular los agentes colorantes. Dichos colorantes se caracterizan por una volatilidad reducida.

20 En la solicitud WO 05/105291 se describe una cubierta de polímero de un 5 a un 90 % en masa de monómeros solubles en agua, tales como ácido acrílico o ácido metacrílico, de un 5 a un 90 % en masa de un monómero bifuncional o polifuncional y de un 0 a un 55 % en masa de monómeros poco solubles en agua, como ésteres alquílicos de ácido acrílico o de ácido metacrílico. Dicha cubierta se utiliza para encapsular parafinas, es decir, eventualmente sustancias poco volátiles, para el revestimiento de productos textiles directamente en el proceso de hilado.

25 También la solicitud WO 08/058868, en donde se describe una cubierta de un polímero de un 1 a un 95 % en masa de monómeros solubles en agua, tales como ácido acrílico o ácido metacrílico, de un 5 a un 99 % en masa de un monómero bifuncional o polifuncional y de 0 a un 60 % en masa de monómeros poco solubles en agua, tales como ésteres alquílicos de ácido acrílico o ácido metacrílico, se utiliza para encerrar una sustancia poco volátil, en particular una parafina.

En la solicitud WO 2009/090169 se describen igualmente microcápsulas que contienen sustancias odorizantes o fragancias, cuya cubierta puede obtenerse a través de la polimerización de uno o de varios ésteres C₁-C₂₄ alquílicos de ácido (met)acrílico y al menos dos monómeros diferentes bifuncionales o polifuncionales.

30 Para una utilización de microcápsulas para conservar compuestos químicos levemente volátiles, tal como son por ejemplo muchas fragancias o sustancias odorizantes, para aplicaciones en medios de lavado y de limpieza, así como para el tratamiento de ropa y de superficies, sin embargo, las cápsulas deben contener muy bien la sustancia levemente volátil. Por tanto, el objeto de la presente invención consiste en proporcionar una microcápsula con una hermeticidad mejorada para sustancias levemente volátiles.

35 De manera sorprendente, dicho objeto se alcanzará a través de las microcápsulas según la reivindicación 1 a 5; una composición química que las contiene, según las reivindicaciones 6 y 7, así como las utilidades 8 a 11 y los objetos que presentan las microcápsulas, según las reivindicaciones 12 y 13, constituyen otras partes de la presente invención.

40 De manera correspondiente, el objeto se alcanzará a través de una microcápsula que comprende un núcleo a), el cual contiene una fragancia o una sustancia odorizante, y una cubierta b), donde b) puede obtenerse a través de la polimerización de uno o de varios ésteres C₁-C₂₄ alquílicos del ácido acrílico y/o metacrílico y MAS, donde el MAS se encuentra presente en una cantidad de 20 a 60 % en masa en la cubierta, y de al menos uno de los siguientes componentes:

PETIA en una cantidad de 10 a 50 % en masa y/o

45 EGDMA en una cantidad de 10 a 50 % en masa, donde la cantidad (total) de PETIA y EGDMA de al menos 30 % en masa se encuentra presente en la cubierta en forma copolimerizada.

En donde representan:

MMA metacrilato de metilo

MAS ácido metacrílico

PETIA acrilato de pentaeritritol

EGDMA dimetilacrilato de etilenglicol

DMAEMA metacrilato de dimetilaminoetilo.

- 5 Como una sustancia odorizante o una fragancia se entienden todas las sustancias orgánicas que presentan una propiedad olfatoria deseada y que esencialmente no son tóxicas. Entre éstas se encuentran generalmente, entre otras, composiciones de lavado o limpieza, o fragancias o sustancias odorizantes utilizadas en el área de la perfumería. Éstas pueden tratarse de compuestos de origen natural, semisintético o sintético. Las sustancias odorizantes o fragancias consideradas como preferentes pueden asociarse a las clases de sustancias de los hidrocarburos, aldehídos o ésteres. Entre las fragancias o sustancias odorizantes figuran también extractos naturales y/o esencias que pueden contener mezclas complejas de componentes, como aceite de naranja, aceite de limón, extracto de rosas, lavanda, almizcle, pachuli, esencia de bálsamo, aceite de madera de sándalo, aceite de piñón y aceite de cedro.

- 15 Ejemplos no limitativos de sustancias odorizantes o fragancias sintéticas y semisintéticas son: 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametil-naftalina, α -ionona, ss-ionona, Y-ionona, α -isometilionona, metilcedrilcetona, metildihidrojasmonato, metil-1,6,10-trimetil-2,5,9-ciclododecatrien-1-il-cetona, 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametil-tetralina, 4-acetil-6-terc-butil-1,1-dimetil-indano, hidroxifenilbutanona, benzofenona, metil-ss-naftil-cetona, 6-acetil-1,1,2,3,3,5-hexametil-indano, 5-acetil-3-isopropil-1,1,2,6-tetrametil-indano, 1-dodecanal, 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-l-carboxaldehído, 7-hidroxi-3,7-dimetil-octanal, 10-undecen-1-al, iso-hexenil-ciclohexil-carboxaldehído, formil-triciclododecano, productos de condensación de hidroxicitronelal y metil atranilato, productos de condensación de hidroxicitronelal e indol, productos de condensación de fenil-acetaldehído e indol, 2-metil-3-(para-terc-butilfenil)-propionaldehído, etilvainillina, heliotropina, hexil cinamaldehído, amil cinamaldehído, 2-metil-2-(isopropilfenil)-propionaldehído, cumarina, y-decalactona, ciclopentadecanolida, ácido 16-hidroxi-9-hexadecanoico-lactona, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8-hexametilciclopenta-y-2-benzopirano, ss-naftol-metil éter, ambroxano, dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,1b]furano, cedrol, 5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-enil)-3-metilpentan-2-ol, 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol, cariofileno alcohol, triciclodecenilpropionato, triciclodecenilacetato, bencil salicilato, cedrilacetato y terc-butil-ciclohexilacetato.

Otros ejemplos de fragancias y sustancias odorizantes que pueden utilizarse de acuerdo con la invención se describen por ejemplo en las solicitudes US 6,143,707, US 5,089,162, EP 1 360 270 y WO 2009/027957.

- 30 Se consideran especialmente preferentes: hexil cinamaldehído, 2-metil-3-(terc-butilfenil)-propionaldehído, 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametil-naftalin, bencilsalicilato, 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametil-tetralina, para-terc-butil-ciclohexilacetato, metildihidro-jasmonato, ss-naftol-metil éter, metil-ss-naftilcetona, 2-metil-2-(para-isopropilfenil)-propio-aldehído, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8-hexametil-ciclopenta-y-2-benzopirano, dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1b]furano, anisaldehído, cumarina, cedrol, vainillina, ciclopentadecanolida, triciclodecenilacetato y triciclodecenilpropionato.

Otras sustancias odorizantes son aceites etéricos, resinoides y resinas de una pluralidad de fuentes, como bálsamo del Perú, olibano resinoide, Styra, resina de labdano, nuez moscada, aceite de cassia, resina de benzoína, coriandro y lavándula intermedia. Otras sustancias odorizantes adecuadas son: alcohol fenético, terpineol, linalool, linalil acetato, geraniol, nerol, 2-(1,1-dimetiletil)-ciclohexanolacetato, bencilacetato y eugenol.

- 40 Las sustancias odorizantes o fragancias pueden utilizarse como sustancias puras o mezcladas unas con otras. La sustancia odorizante o fragancia puede formar el núcleo de las microcápsulas como único material hidrófobo. De manera alternativa, junto con la sustancia odorizante o fragancia, las microcápsulas pueden contener otro material hidrófobo, en el cual se encuentra disuelta o dispersa la sustancia odorizante o fragancia. De este modo, por ejemplo en la utilización de sustancias odorizantes o fragancias sólidas a temperatura ambiente, se considera ventajosa la utilización de un material hidrófobo líquido a temperatura ambiente, como disolvente o agente de dispersión.

Del mismo modo, para aumentar la hidrofobia de una sustancia odorizante o fragancia, otro material hidrófobo puede agregarse a la sustancia odorizante o fragancia.

- 50 Preferentemente, la sustancia odorizante o fragancia o la mezcla de sustancias odorizantes o fragancias se ubican entre 1 y 100 % en masa, de manera preferente entre 20 y 100 % en masa, del material hidrófobo del núcleo. El material hidrófobo es líquido a temperaturas inferiores a 100 °C, preferentemente a temperaturas por debajo de 60 °C y de manera especialmente preferente a temperatura ambiente.

Como ésteres C₁-C₂₄ alquílicos del ácido acrílico y/o metacrílico se entienden en general no sólo los ésteres alquílicos puros, sino también compuestos modificados, como alquil amidas del ácido acrílico o del éter de vinil alquilo. Ejemplos no concluyentes son: terc-butilacrilamida y acrilamida.

- 5 Existen además formas de ejecución naturalmente preferentes, donde de este modo se considera preferente una microcápsula en la cual la cubierta contiene un éster C₁-C₂₄ alquílico del ácido acrílico y/o metacrílico y MAS en una cantidad de 25 a 50 % en masa y/o PETIA en una cantidad de 20 a 40 % en masa y/o EGDMA en una cantidad de 20 a 40 % en masa, en forma copolimerizada.

Se considera como aún más preferente una microcápsula en la cual el éster C₁-C₂₄ alquílico del ácido acrílico y/o metacrílico es metacrilato de metilo y

- 10 MAS en una cantidad de 35 a 45 % en masa y/o

PETIA en una cantidad de 25 a 35 % en masa y/o

EGDMA en una cantidad de 25 a 35 % en masa en la cubierta, de forma copolimerizada.

Las microcápsulas de acuerdo con la invención ofrecen la ventaja de proteger muy bien de la evaporación a sustancias levemente volátiles.

- 15 Otro objeto de la presente invención consiste por lo tanto en una microcápsula que comprende un núcleo a), el cual contiene una fragancia o una sustancia odorizante, y una cubierta b), donde b) puede obtenerse a través de la polimerización de uno o de varios ésteres C₁-C₂₄ alquílicos del ácido acrílico y/o metacrílico y donde la microcápsula presenta un índice de evaporación, medido según la "prueba del índice de evaporación", inferior al 10 % en masa.

- 20 En la "prueba del índice de evaporación" se determina el peso de una muestra seca (aproximadamente 1 g), primero a temperatura ambiente. La muestra después es templada durante una hora a 130 °C. A continuación la misma es pesada nuevamente a temperatura ambiente. La pérdida de masa determinada de ese modo con relación a la masa total de la muestra seca, multiplicada por 100, da como resultado el índice de evaporación, el cual se indica en %.

- 25 Para la medición se utiliza una cantidad de muestra que, con la balanza utilizada, es lo suficientemente grande para alcanzar resultados de pérdida de masa que se ubican al menos en el factor 10 por fuera de los límites de error de la balanza. Además, la cantidad de muestra utilizada debe seleccionarse de manera que la masa de la muestra sea mayor que aquella del recipiente en donde la muestra es colocada en el horno, donde la capacidad térmica específica del recipiente debe ser < 1000 J/(kg·K). Esto puede lograrse por ejemplo mediante la utilización de un recipiente de aluminio. El peso del recipiente de aluminio se ubica generalmente entre 1 y 2 g.

- 30 Si ya no se encuentra presente una muestra seca, entonces primero se secan de 1,5 a 2,0 g de dispersión, por ejemplo tal como la misma se obtiene durante la producción, a una temperatura de 105 °C, durante 2 horas, para eliminar el agua. Después, el peso de la muestra secada se determina del modo anteriormente descrito.

- 35 De manera correspondiente, se considera especialmente preferente una microcápsula como la descrita anteriormente, donde la microcápsula presenta un índice de evaporación, medido según la "prueba del índice de evaporación", inferior al 10 % en masa.

- 40 Las microcápsulas de esa clase pueden obtenerse a través de la polimerización del monómero o mezcla de monómeros que forma la cubierta, en la fase oleosa de una emulsión estable de aceite en agua, donde la fase oleosa se compone de un material hidrófobo. Desde el inicio de la polimerización debe estar presente una mezcla de monómeros y fase hidrófoba, la cual contiene al menos una sustancia odorizante o fragancia. El método de producción mencionado es conocido y se describe por ejemplo en la solicitud EP-A-0 457 154.

Entre los materiales hidrófobos que pueden utilizarse para la fase oleosa figuran toda clase de aceites, como aceites vegetales, aceites animales, aceites minerales, parafinas, cloroparafinas, hidrofluorocarburos y otros aceites sintéticos.

- 45 Ejemplos típicos y no concluyentes son el aceite de girasol, aceite de colza, aceite de oliva, aceite de cacahuete, aceite de soja, queroseno, benceno, tolueno, butano, pentano, hexano, ciclohexano, tetracloruro de carbono, difenilo clorado y aceite de silicona. Pueden emplearse también materiales hidrófobos con un punto de ebullición elevado, por ejemplo dietil ftalato, di-butil ftalato, diiso hexil ftalato, dioctil ftalato, alquil naftalina, dodecil benceno, terfenilo, terfenilos parcialmente hidrogenados, etilhexil palmitato, triglicéridos cáprico/caprílico, PPG-2 miristilo, éter propionato; PPG-5 alcohol cetílico polioxietilenado con 20 moléculas; alquil benzoato C₁₂₋₁₅, aceite mineral (CAS:

8042-47-5); cetearil etilhexanoato; dimeticona; poliisobutileno (por ejemplo de la empresa BASF: Glisopal ®, Oppanol ®).

El material hidrófobo que eventualmente contiene la sustancia odorizante o fragancia o que se encuentra compuesto por la misma, se selecciona de manera que puede emulsificarse en agua a temperaturas entre su punto de fusión y el punto de ebullición del agua. Los materiales hidrófobos de baja viscosidad presentan una viscosidad de Brookfield < 5 Pa*s (medido a 23 °C con un husillo 5 y 20 U/s según DIN EBN ISO 3219).

El núcleo de las microcápsulas está formado por el material hidrófobo que puede emulsificar en agua. El material hidrófobo se utiliza al mismo tiempo como disolvente o agente de dispersión para la mezcla de monómeros utilizada para la producción de la envoltura de la cápsula, a través de polimerización. La polimerización tiene lugar en la fase oleosa de una emulsión estable de aceite en agua. La emulsión mencionada se obtiene por ejemplo disolviendo en el material hidrófobo primero los monómeros y un iniciador de polimerización, así como eventualmente un controlador de polimerización, emulsificando entonces la solución así obtenida en un medio acuoso con un emulsionante y/o un coloide protector. No obstante, también puede emulsificarse primero la fase hidrófoba o componentes de la misma en la fase acuosa y después, para la emulsión, agregando los monómeros o el iniciador de polimerización, así como los coadyuvantes que eventualmente también deben utilizarse, como coloides protectores o controladores de polimerización.

En otra variante del método se pueden emulsificar en agua también el material hidrófobo y los monómeros, agregando a continuación además el iniciador de polimerización. Puesto que el material hidrófobo debe ser microencapsulado del modo más completo posible en la emulsión, preferentemente se utilizan sólo aquellos materiales hidrófobos cuya solubilidad en agua se encuentra limitada. De manera preferente, la solubilidad no debe superar el 5 % en peso. Para un encapsulamiento completo del material hidrófobo en la fase oleosa de la emulsión de aceite en agua, se considera conveniente seleccionar los monómeros en correspondencia con su solubilidad en el material hidrófobo. Mientras que los monómeros esencialmente son solubles en aceite, en las gotas de aceite individuales se producen durante la polimerización de oligómeros y polímeros que no son solubles en la fase oleosa ni en la fase acuosa de la emulsión de aceite en agua y que se desplazan en la superficie límite entre las gotas de aceite y la fase acuosa. Allí, durante el transcurso de la siguiente polimerización, forman el material de pared que finalmente envuelve el material hidrófobo como núcleo de las microcápsulas.

Para conformar una emulsión estable de aceite en agua se utilizan generalmente coloides protectores y/o emulsionantes. Se consideran coloides protectores adecuados por ejemplo los derivados de celulosa, como hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y metilcelulosa, polivinil pirrolidona y copolímeros de la N - vinil pirrolidona, alcoholes de polivinilo y polivinil acetatos parcialmente hidrolizados. Los alcoholes de polivinilo se consideran especialmente preferentes. Pueden emplearse también gelatinas, goma arábiga, goma xantana, alginatos, pectinas, almidones degradados y caseína. Pueden utilizarse también coloides protectores iónicos. Como coloides protectores iónicos pueden utilizarse ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, copolimerizados de ácido acrílico y ácido metacrílico, polímeros solubles en agua que contienen grupos ácido sulfónico con un contenido de acrilato de sulfoetilo, metacrilato de sulfoetilo o metacrilato de sulfopropilo, así como polimerizados de N-(sulfoetil)-maleinimida, ácidos 2 -acril amido -2- alquil sulfónico, ácidos estireno sulfónicos y formaldehído, así como condensados de ácidos fenol sulfónicos y formaldehído. Los coloides protectores se añaden generalmente en cantidades de 0,1 a 10 % en masa, referido a la fase acuosa de la emulsión. Los polimerizados utilizados como coloides protectores iónicos poseen preferentemente masas molares medias M_w de 500 a 1.000.000 g/mol, preferentemente de 1.000 a 500.000 g/mol.

Usualmente, la polimerización tiene lugar en presencia de iniciadores de polimerización que son formadores de radicales. Para ello, pueden utilizarse todos los peroxo -compuestos y azo -compuestos usuales en las cantidades empleadas de forma habitual, por ejemplo de 0,1 a 5 % en masa, referido a la masa de los monómeros que debe ser polimerizada. Se consideran preferentes aquellos iniciadores de polimerización que son solubles en la fase oleosa o en los monómeros. Como ejemplos pueden mencionarse t-butilperoxineodecanoato, t-butilperoxipivalato, t-amilperoxipivalato, peróxido de dilaurilo, t-amilperoxi-2-etilhexanoato y similares.

La polimerización de la emulsión de aceite en agua se realiza generalmente entre 20 y 100 °C, preferentemente entre 40 y 90 °C. Usualmente, la polimerización se efectúa a presión normal, pero también puede tener lugar con una presión reducida o aumentada, por ejemplo dentro del rango de 0,5 a 20 bar. Convenientemente, se procede de manera que una mezcla de agua, coloide protector y/o emulsionantes, materiales hidrófobos, iniciadores de polimerización y monómeros se emulsifica con un dispersante rápido al tamaño deseado de las gotas del material hidrófobo, donde la emulsión estable se calienta considerando la temperatura de descomposición del iniciador de polimerización. La velocidad de la polimerización puede controlarse de forma conocida a través de la selección de la temperatura y de la cantidad de iniciador de polimerización. Después de alcanzarse la temperatura de polimerización, de manera conveniente, la polimerización continúa por un tiempo más, por ejemplo de entre 2 y 6 horas, para completar el volumen de monómeros.

Se considera especialmente preferente una forma de trabajo en la cual, durante la polimerización, la temperatura de la mezcla de reacción que debe polimerizarse varía de forma continua o periódica, donde por ejemplo aumenta de forma continua o periódica. Esto sucede por ejemplo con la ayuda de un programa con temperatura ascendente.

Con este fin, la totalidad del tiempo de polimerización puede dividirse en dos o más períodos. El primer período de polimerización se caracteriza por una descomposición lenta del iniciador de polimerización. En el segundo período de polimerización y eventualmente en otros períodos de polimerización aumenta la temperatura de la mezcla de reacción, para acelerar la descomposición de los iniciadores de polimerización. La temperatura puede aumentar en un paso o en varios pasos, o de forma continua, de modo lineal o no lineal. La diferencia de temperatura entre el inicio y el final de la polimerización puede ascender hasta 50 °C. Usualmente, esa diferencia se ubica entre 3 y 40 °C, preferentemente entre 3 y 30 °C.

A continuación, las dispersiones de las microcápsulas obtenidas según uno de los procedimientos descritos anteriormente pueden ser secadas por atomización del modo habitual. Para facilitar la redispersión de las microcápsulas secadas por atomización, a las dispersiones eventualmente se pueden agregar cantidades adicionales de emulsionantes y/o de coloide protector, antes del secado por atomización. Se consideran emulsionantes o coloides protectores adecuados los mencionadas anteriormente con relación a la producción de la dispersión de microcápsulas. Generalmente, la dispersión acuosa de microcápsulas se pulveriza en una corriente de aire tibio que es conducida en una corriente en el mismo sentido o en sentido opuesto, preferentemente en el mismo sentido que la niebla de pulverización. Usualmente, la temperatura de entrada de la corriente de aire tibio se ubica en el rango de 100 a 200 °C, preferentemente de 120 a 160 °C, y la temperatura de salida de la corriente de aire se ubica generalmente en el rango de 30 a 90 °C, preferentemente entre 60 y 80 °C. La pulverización de la dispersión acuosa de microcápsulas puede tener lugar por ejemplo mediante boquillas para un material o para varios materiales, o mediante un disco giratorio. La separación de las microcápsulas secadas por atomización, normalmente, tiene lugar utilizando ciclones o separadores de filtro.

Las microcápsulas obtenidas de ese modo, de manera preferente, poseen un diámetro medio en el rango de 1 a 100 µm, de forma especialmente preferente de 1 a 50 µm y de forma completamente preferente de 1 a 30 µm.

Debido a la utilización prevista, también para la relación de grosor de la cubierta con respecto al diámetro de la cápsula resulta un rango preferente. De este modo, una microcápsula se considera preferente cuando la relación del grosor de la cubierta con respecto al diámetro de la microcápsula se ubica en el rango de entre 0,0005 y 0,2, de forma especialmente preferente en el rango de entre 0,005 y 0,08 y de forma completamente preferente de entre 0,015 y 0,055.

Otro objeto de la presente invención consiste en una composición química que contiene microcápsulas como las descritas anteriormente. De este modo, las preparaciones líquidas de las microcápsulas o las microcápsulas secadas por atomización pueden utilizarse en particular para la formulación de agentes de lavado o de limpieza. Sin embargo, pueden utilizarse también para la formulación por ejemplo de adhesivos, pinturas, productos cosméticos, desodorantes, repelentes y dispersiones.

Se considera especialmente preferente una composición química que contiene al menos una sustancia seleccionada del grupo compuesto por agentes tensioactivos, desinfectantes, colorantes, ácidos, bases, formadores de complejos, biocidas, hidrótrofos, espesantes, adyuvantes, coadyuvantes, enzimas, blanqueadores, activadores de blanqueo, inhibidores de corrosión, catalizadores de blanqueo, aditivos para la protección del color, inhibidores de transferencia de color, inhibidores de agrisamiento, polímeros geoevaporímetros, aditivos de protección de fibras, siliconas, bactericidas y conservantes, disolventes orgánicos, promotores de solubilidad, mejoradores de disolución y perfume.

Los agentes tensioactivos se componen generalmente de una parte hidrófoba y de una parte hidrófila. De este modo, la parte hidrófoba presenta usualmente una longitud de la cadena de 4 a 20 átomos de C, preferentemente de 6 a 19 átomos de C y de forma especialmente preferente de 8 a 18 átomos de C. La unidad funcional del grupo hidrófobo es generalmente un grupo OH, donde el alcohol puede ser ramificado o no ramificado. La parte hidrófila se compone por lo general esencialmente de unidades alcoxiladas (por ejemplo óxido de etileno (EO), óxido de propileno (PO) y/u óxido de butileno (BO)), donde generalmente se encuentran de forma sucesiva de 2 a 30, preferentemente de 5 a 20 de las unidades alcoxiladas mencionadas, y/o de unidades cargadas como sulfato, sulfonato, fosfato, ácidos carboxílicos, amonio y óxido de amonio.

Son ejemplos de agentes tensioactivos aniónicos: carboxilatos, sulfonatos, ésteres sulfo -metílicos de ácidos grasos, sulfatos, fosfatos.

Son ejemplos de agentes tensioactivos catiónicos: compuestos cuaternarios de amonio. Son ejemplos de agentes tensioactivos de betaína: alquilbetaína.

Son ejemplos de compuestos no iónicos: alcoxilatos de alcoholes.

Como un "carboxilato" se entiende un compuesto que presenta al menos un grupo carboxilato en la molécula. Como ejemplos de carboxilatos que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse jabones - por ejemplo estearatos, oleatos, cocoatos de los metales alcalinotérreos o del amonio, éter carboxilatos, por ejemplo Akypo® RO 20, Akypo® RO 50, Akypo® RO 90.

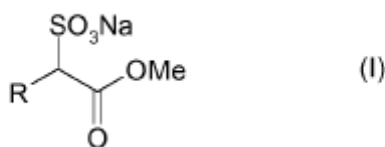
- 5 Como un "sulfonato" se entiende un compuesto que presenta al menos un grupo sulfonato en la molécula. Como ejemplos de sulfonatos que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse sulfonatos de alquilbenceno, por ejemplo Lutensit® A-LBS, Lutensit® A-LBN, Lutensit® A-LBA, Marlon® AS3, Maranil® DBS, sulfonatos de alquilo - por ejemplo Alscoap OS-14P, BIO-TERGE® AS-40, BIO-TERGE® AS-40 CG, BIO-TERGE® AS-90 Beads, Calimulse® AOS-20, Calimulse® AOS-40, Calsoft® AOS-40, Colonial® AOS-40, Elfan® OS 46, Ifracop® AOS 38, Ifracop® AOS 38 P, Jeenate® AOS-40, Nikkol® OS-14, Norfox® ALPHA XL, POLYSTEP® A-18, Rhodacal® A-246L, Rhodacal® LSS-40/A,
- 10

aceites sulfonados, como por ejemplo aceite de ricino sulfatado,

sulfonatos de olefina,

sulfonatos aromáticos - por ejemplo Nekal® BX, Dowfax® 2A1.

- 15 Como un "éster sulfo -metílico de ácidos grasos" se entiende un compuesto que presenta la siguiente unidad de la fórmula general (I):



donde R presenta de 10 a 20 átomos de C; preferentemente R presenta de 12 a 18 y de forma especialmente preferente de 14 a 16 átomos de C.

- 20 Como un "sulfato" se entiende un compuesto que presenta al menos un grupo SO₄ en la molécula. Como ejemplos de sulfatos que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse sulfatos de alcoholes grasos, como por ejemplo sulfato de alcohol de aceite de coco (CAS 97375-27-4) - por ejemplo EMAL® 10G, Dispersogen® SI, Elfan® 280, Mackol® 100N,

otros sulfatos de alcoholes - por ejemplo Emal® 71, Lanette® E,

- 25 alcohol éter sulfato de aceite de coco - por ejemplo Emal® 20C, Latemul® E150, Sulfochem® ES-7, Texapon® ASV-70 Spec., Agnique SLES-229-F, Octosol 828, POLYSTEP® B-23, Unipol® 125-E, 130-E, Unipol® ES-40,

otros alcohol éter sulfatos - por ejemplo Avanel® S-150, Avanel® S 150 CG, Avanel® S 150 CG N, Witcolate® D51-51, Witcolate® D51-53.

- 30 Como un "fosfato" se entiende en este caso un compuesto que presenta al menos un grupo PO₄ en la molécula. Como ejemplos de fosfatos que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse fosfatos de éter alquilo - por ejemplo Maphos® 37P, Maphos® 54P, Maphos® 37T, Maphos® 210T y Maphos® 210P, fosfatos como Lutensit A-EP, fosfatos de alquilo.

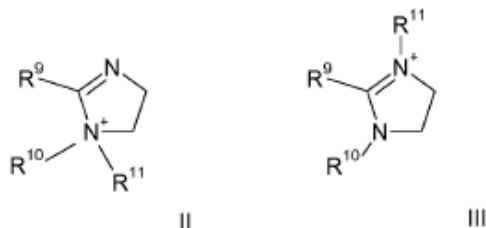
- 35 Los agentes tensioactivos aniónicos, en la producción de la composición química, se añaden preferentemente en forma de sales. Como sales adecuadas se consideran por ejemplo sales alcalinotérreas, como sales de sodio, sales de potasio y sales de litio, y sales de amonio, como sales de hidroxietilamonio, sales de di(hidroxi-etil)amonio y sales de tri(hidroxi-etil)amonio.

- 40 Como un "compuesto de amonio cuaternario" se entiende un compuesto que presenta al menos un grupo R₄N⁺ en la molécula. Como ejemplos de compuestos de amonio cuaternarios que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse halogenuros, metosulfatos, sulfatos y carbonatos de aceite de coco, grasa de cebo o cetil/oleil trimetilamonio.

Como agentes tensioactivos aniónicos particularmente adecuados pueden mencionarse:

- alquilamina C₇-C₂₅;

- sales de N,N-dimetil-N-(hidroxi-C₇-C₂₅-alquil)amonio;
- compuestos de mono- y di-(C₇-C₂₅-alquil)dimetilamonio cuaternizados con agentes alquilantes;
- esterquats, en particular mono-, di- y trialcanolaminas cuaternarias esterificadas con ácidos carboxílicos C₈-C₂₂;
- cationes de amonio cuaternario de imidazolina, en particular sales de 1-alquil imidazol de las fórmulas II ó III



en donde las variables poseen los siguientes significados:

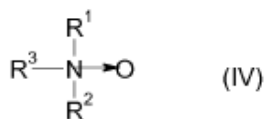
R⁹ representa C₁-C₂₅-alquilo o C₂-C₂₅- alqueno;

R¹⁰ representa C₁-C₄-alquilo o hidroxi-C₁-C₄-alquilo;

R¹¹ representa C₁-C₄-alquilo, hidroxi-C₁-C₄-alquilo o un radical R¹-(CO)-X-(CH₂)_m-(X:-O- o -NH-; m: 2 ó 3),

donde al menos un radical R⁹ es C₇ - C₂₂ alquilo.

Además, como un "agente tensioactivo de betaína" se entiende un compuesto que bajos condiciones de aplicación, es decir, por ejemplo en el caso del lavado de productos textiles bajo presión normal y a temperaturas de la temperatura ambiente de hasta 95 °C, presenta al menos una carga positiva y una carga negativa. Una "alquilbetaína" se trata de un agente tensioactivo de betaína que presenta al menos una unidad alquilo en la molécula. Como ejemplos de agentes tensioactivos de betaína que pueden utilizarse de acuerdo con la invención pueden mencionarse cocamidopropilbetaína -por ejemplo MAFO® CAB, Amonyl® 380 BA, AMPHOSOL® CA, AMPHOSOL® CG, AMPHOSOL® CR, AMPHOSOL® HCG; AMPHOSOL® HCG-50, Chembetaine® C, Chembetaine® CGF, Chembetaine® CL, Dehyton® PK, Dehyton® PK 45, Emery® 6744, Empigen® BS/F, Empigen® BS/FA, Empigen® BS/P, Genagen® CAB, Lonzaine® C, Lonzaine® CO, Mirataine® BET-C-30, Mirataine® CB, Monateric® CAB, Naxaine® C, Naxaine® CO, Norfox® CAPB, Norfox® Coco Betaine, Ralufon® 414, TEGO®-Betain CKD, TEGO® Betain E KE 1, TEGO®-Betain F, TEGO®-Betain F 50 y óxidos de amina, como por ejemplo óxidos de amina de alquil dimetilo, es decir, compuestos de la fórmula general (IV)



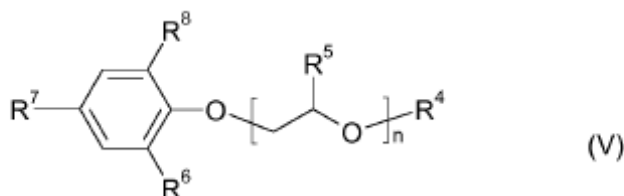
en donde R¹, R² y R³, independientemente unos de otros, representan un radical alquilo o de amidoalquilo alifático, cíclico o terciario, como por ejemplo Mazox® LDA, Genaminox®, Aromox® 14 DW 970.

Los agentes tensioactivos no iónicos son sustancias surfactantes con un grupo superior no cargado, que en el rango pH neutral no porta ninguna carga de iones, polar, hidrófilo, volviéndose soluble en agua (a diferencia de los agentes tensioactivos aniónicos y catiónicos), que en las superficies límite adsorbe y por encima de la concentración crítica de formación de micelas (c.c) se agrega formando micelas neutrales. Dependiendo del grupo de cabeza hidrófilo puede diferenciarse entre grupos de (oligo)oxialquilenos, en particular grupos de (oligo)oxietileno (grupos de polietilenglicol), entre los cuales figuran los poliglicol éteres de alcoholes grasos (alcoxilatos de alcohol graso), poliglicol éteres de alquilfenol, así como etoxilatos de ácidos grasos, triglicéridos alcoxilados y éteres mixtos (éteres de polietilenglicol alquilados a ambos lados); y grupos hidrato de carbono, entre los cuales figuran los alquilpoliglicósidos y N-metilglucamida de ácidos grasos.

[0053] Los alcoxilatos de alcohol se basan en una parte hidrófoba con una longitud de la cadena de 4 a 20 átomos de C, preferentemente de 6 a 19 átomos de C y de forma especialmente preferente de 8 a 18 átomos de C, donde el

alcohol puede ser ramificado o no ramificado, y en una parte hidrófila, la cual puede tratarse de unidades alcoxiladas, como por ejemplo óxido de etileno (EO), óxido de propileno (PO) y/u óxido de butileno (BuO), con 2 a 30 unidades de repetición. Como ejemplos, entre otros, pueden mencionarse Lutensol ® XP, Lutensol ® XL, Lutensol ® ON, Lutensol ® AT, Lutensol ® A, Lutensol ® AO, Lutensol ® TO.

- 5 Los alcoxilatos de alcohol fenílico son compuestos de la fórmula general (V),



los cuales son producidos a través de la adición de óxido de alquileo, preferentemente de óxido de etileno, en alcoholes fenílicos.

- 10 De este modo, R^6 y R^8 son diferentes o preferentemente iguales, seleccionados de alquilo, preferentemente metilo o etilo, o en particular hidrógeno.

R^7 se encuentra seleccionado de radicales alquilo lineales o preferentemente ramificados, no sustituidos o sustituidos, en particular de radicales alquilo C_1 - C_{20} .

- 15 Preferentemente, $R^4 = H$. Además, se considera preferente que $R^5 = H$, tratándose de este modo de EO; igualmente se considera preferente que $R^5 = CH_3$, tratándose por tanto de PO, o que $R^5 = CH^2CH^3$, tratándose de BuO.

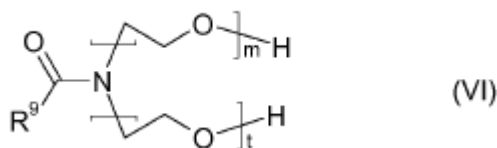
Se considera especialmente preferente además un compuesto en donde se encuentran presentes éteres fenol poliglicólicos de octilo- [$(R^1 = R^3 = H, R^2 = 1,1,3,3$ -tetrametilbutil (diisobutileno)], nonilo- [$(R^1 = R^3 = H, R^2 = 1,3,5$ -trimetilhexil (tripropileno)], dodecilo, dinonilo o tributilo (por ejemplo EO, PO, BuO), R^7 - C_6H_4 -O-(EO/PO/BuO) $_n$, en donde $R^7 = C_8$ a C_{12} y $n = 5$ a 10 .

- 20 Son ejemplos no concluyentes de compuestos de esa clase: Norfox® OP-102, Surfonic® OP-120, T-Det® O-12.

Los etoxilatos de ácidos grasos son ésteres de ácidos grasos tratados posteriormente con diferentes cantidades de óxido de etileno (EO).

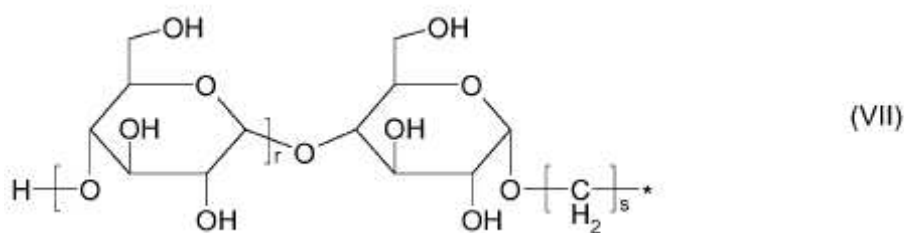
Los triglicéridos son ésteres del glicerol (glicéridos), en los cuales los tres grupos hidroxilo se encuentran esterificados con ácidos grasos. Los mismos pueden ser modificados con óxidos de alquileo.

- 25 Las alcanolamidas de ácidos grasos son compuestos de la fórmula general (VI)



la cual presenta al menos un grupo amida con un radical alquilo R^9 y uno o dos radicales alcoxilo, donde R^9 comprende de 11 a 17 átomos de C y es $1 \leq m + t \leq 5$.

- 30 Los poliglicósidos de alquilo son mezclas de monoglucósido de alquilo (alquilo- α -D- y - β -D-glucopiranosido, así como de proporciones reducidas de glucofuranósido), glucósidos de alquilo (-isomaltosido, maltosido y otros) y oligoglucósidos de alquilo (de maltotriosa, de tetraosa y otros). Entre otras cosas, puede accederse a los poliglicósidos de alquilo a través de la reacción catalizada de forma ácida (reacción de Fischer) de glucosa (o almidón) o de glucósidos de n-butilo con alcoholes grasos. Los poliglicósidos de alquilo corresponden a la fórmula general (VII)



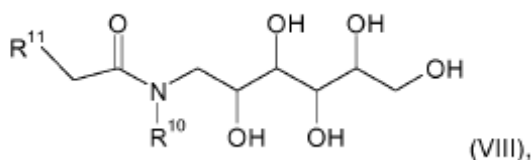
en donde

$r = 0$ a 3 y

$s = 4$ a 20.

- 5 Como ejemplo puede mencionarse el Lutensol ® GD70.

En el grupo de las amidas de ácidos grasos, no iónicas N- alquiladas, preferentemente N- metiladas, de la fórmula general (VIII)



- 10 R^{10} representa un radical $n-C_{12}$ - alquilo, R^{11} representa un radical alquilo con 1 a 8 átomos de C. R^{11} preferentemente es metilo.

Se considera preferente una composición como la descrita, la cual contiene además al menos un desinfectante. En ese caso, al menos un desinfectante se encuentra presente en la composición en una cantidad (total) de 0,1 a 20 % en masa, preferentemente de 1 a 10 % en masa.

- 15 Los desinfectantes pueden ser: oxidantes, halogenuros como cloro y yodo, y sustancias que liberan los mismos, alcoholes como etanol, 1 -propanol y 2-propanol, aldehídos, fenoles, óxido de etileno, clorhexidina y metil sulfato de mecetronio.

La ventaja de la utilización de desinfectantes reside en el hecho de que los agentes patógenos apenas pueden propagarse sobre las superficies tratadas. Los agentes patógenos pueden ser: bacterias, esporas, hongos y virus.

- 20 Entre otros, los colorantes pueden ser: azul ácido 9, amarillo ácido 3, amarillo ácido 23, amarillo ácido 73, amarillo pigmento 101, verde ácido 1, verde ácido 25.

Se considera preferente una composición en la cual al menos un colorante se encuentra presente en una cantidad (total) de 0,1 a 20 % en masa, de modo especialmente preferente, de 1 a 10 % en masa.

- 25 Los ácidos son compuestos que pueden utilizarse de forma ventajosa por ejemplo para diluir o para impedir depósitos de cal. Ejemplos de ácidos son el ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido sulfónico.

Las bases son compuestos que pueden utilizarse de forma ventajosa para regular el rango de valor pH favorable para formadores de complejos. Ejemplos de bases que pueden utilizarse de acuerdo con la invención, son: NaOH, KOH y aminoetanol.

Como adyuvantes inorgánicos son adecuados en particular:

- 30 - alumosilicatos cristalinos y amorfos con propiedades de intercambio de iones, principalmente zeolitas: son adecuados diferentes tipos de zeolitas, en particular la zeolitas A, X, B, P, MAP y HS en su forma de sodio o

en formas en las cuales Na se encuentra reemplazado parcialmente por otros cationes como Li, K, Ca, Mg o amonio;

- silicatos cristalinos, en particular disilicatos y silicatos de capa, por ejemplo δ - y β - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$. Los silicatos pueden emplearse en forma de sus sales alcalinometálicas, alcalinotérreas o de amonio, donde se consideran preferentes los silicatos de Na, Li y Mg;

- silicatos amorfos, como metasilicato de sodio y disilicato amorfo;

- carbonatos y bicarbonatos; Los mismos pueden utilizarse en forma de sus sales alcalinometálicas, alcalinotérreas o de amonio. Se consideran preferentes los carbonatos y los bicarbonatos de Na, de Li y de Mg, en particular el carbonato de sodio y/o el bicarbonato de sodio, así como

- polifosfatos, como trifosfato de pentasodio.

Como coadyuvantes de oligómeros y polímeros son adecuados:

ácidos carboxílicos de oligómeros y polímeros, como homopolímeros de ácido acrílico y ácido asparagínico, ácidos oligomaleicos, copolímeros del ácido maleico con ácido acrílico, metacrílico u olefinas C_2 - C_{22} , por ejemplo isobuteno o α -olefinas de cadena larga, éter alquílico de vinilo- C_1 - C_8 , acetato de vinilo, propionato de vinilo, ésteres del ácido (met)acrílico con alcoholes C_1 - C_8 y estireno. Se consideran preferentes los homopolímeros del ácido acrílico y los copolímeros del ácido acrílico con ácido maleico. Los ácidos carboxílicos de oligómeros y polímeros se utilizan en forma ácida o como sal de sodio.

Los formadores de complejos son compuestos que permiten la unión de cationes. Lo mencionado puede aprovecharse para reducir la dureza del agua y para hacer precipitar iones de metales pesados perjudiciales. Como ejemplos de formadores de complejos pueden mencionarse NTA, EDTA, MGDA, DTPA, DTPMP, IDS, HEDP, β -ADA, GLDA, ácido cítrico, ácido oxo-disuccínico y ácido butano tetracarboxílico. La ventaja de la utilización de esos compuestos reside en el hecho de que muchos compuestos de acción limpiadora producen un mejor efecto en agua blanda; además, a través de la reducción de la dureza del agua puede evitarse la aparición de depósitos de cal después de la limpieza. A través de la utilización de esos compuestos ya no es necesario secar una superficie limpiada. Lo mencionado se considera una ventaja en cuanto al ciclo de trabajo, considerándose deseable por ese motivo, ya que de ese modo la composición de acuerdo con la invención, aplicada para la conservación, no se elimina nuevamente de forma parcial. En el caso del tratamiento de productos textiles, las fibras continúan presentando movilidad, de manera que resulta una sensación mejorada al utilizar dichos productos.

Se consideran inhibidores de agrisamiento adecuados por ejemplo la carboxi metilcelulosa y polímeros injertados de acetato de vinilo en polietilenglicol.

Se consideran blanqueadores adecuados por ejemplo los aductos de peróxido de hidrógeno en sales orgánicas, como monohidrato de perborato de sodio, tetrahidrato de perborato de sodio y perhidrato de carbonato de sodio, y ácidos percarboxílicos, como el ácido ftalimido perhexanoico.

Como activadores de blanqueo se consideran adecuados por ejemplo N,N,N',N'-tetraacetiletilendiamina (TAED), sulfonato de sodio-p-nonanoiloxibenceno y metilsulfato de N-metilmorfolino acetonitrilo.

Se consideran enzimas adecuadas por ejemplos las proteasas, lipasas, amilasas, celulasas, mananasas, oxidasas y peroxidasas.

Como inhibidores de transferencia de color se consideran adecuados por ejemplo homopolímeros, copolímeros y polímeros injertados de 1-vinilpirrolidona, 1-vinilimidazol o -N-óxido de 4-vinilpiridina. Los homopolímeros y copolímeros de la 4 -vinilpiridina que han reaccionado con ácido cloroacético son adecuados también como inhibidores de transferencia de color.

Los biocidas son compuestos que matan bacterias. Como ejemplo de un biocida puede mencionarse el glutaraldehído. La ventaja de utilizar biocidas reside en el hecho de que los mismos combaten la propagación de agentes patógenos.

Los hidrótrópos son compuestos que mejoran la solubilidad del agente / de los agentes tensioactivos en la composición química. Como ejemplo de un hidrótrópo puede mencionarse el sulfonato de cumeno.

Los espesantes son compuestos que aumentan la viscosidad de la composición química. Ejemplos no concluyentes de espesantes son: poliácridatos y poliácridatos modificados de forma hidrófoba. La ventaja de la utilización de

espesantes reside en el hecho de que los líquidos con mayor viscosidad presentan un tiempo de permanencia más elevado en superficies inclinadas o verticales, en comparación con líquidos con menor viscosidad. Esto aumenta el tiempo de interacción entre la composición y la superficie que debe ser limpiada.

5 La utilización de las microcápsulas de acuerdo con la invención para producir la composición química de acuerdo con la invención constituye otro objeto de la invención.

10 Otro objeto de la presente invención consiste en la utilización de microcápsulas de acuerdo con la invención para el tratamiento de superficies. Se considera preferente una utilización en la cual la superficie que debe ser tratada se selecciona del grupo compuesto por fibras, telas no tejidas, espumas, baldosas, azulejos, mármol, cerámica, hormigón, plástico, metal, esmalte, vidrio. Se considera especialmente preferente una utilización en la cual el objeto que debe ser tratado es un producto textil, donde su utilización tiene lugar por lo tanto en un detergente o en un suavizante.

Por tanto, se considera un objeto especialmente preferente de la presente invención también la utilización de microcápsulas de acuerdo con la invención y en particular la utilización de una composición química que contiene microcápsulas de acuerdo con la invención en el lavado de productos textiles.

15 Otro objeto de la presente invención consiste en un objeto que presenta microcápsulas de acuerdo con la invención, donde se considera preferente un objeto que en su superficie presenta microcápsulas de acuerdo con la invención.

20 Como objeto se considera adecuado cualquier cuerpo en el cual se desee que el mismo, durante un contacto, es decir, en el caso de una tensión de compresión, emita un aroma determinado. Ejemplos no concluyentes son: materiales de empaque de toda clase, como cartón, lámina, adhesivo, etiquetas adhesivas, toallas limpiadoras, telas no tejidas, productos de cuero, pinturas y lacas, productos cosméticos, cualquier clase de envases, en particular aquellos que contienen alimentos o productos cosméticos, vidrio, piezas plásticas, autos, etc.

A continuación, la invención se describirá con más detalle a través de ejemplos:

Los datos en % indican el porcentaje en peso, a menos que se indique otra cosa de forma explícita.

Ejemplos

25 Para la producción de las microcápsulas se utilizaron las siguientes sustancias:

Aceite:

Aceite mineral hidrogenado a alta presión con una viscosidad de aproximadamente 68 mm²/s a 40 °C y un punto de solidificación de -21 °C (aceite blanco).

Fragancia:

30 (Componentes respectivamente en % en peso)

Fragancia A

Componentes eflorescentes [% en peso]:

35 Beta-pineno 0,09 citronelol 2,54 acetato de citronelilo 1,04 decilaldehído 2,00 delta-damascone 0,10 dihidromircenol 6,75 nitrilo de geranilo 9,29 d-limoneno 22,90 Lorysia 0,74 limoleno 9,73 metilnonilacetaldéhid 2,07 paracimeno 0,17 terpineoles 11,44 Verdox 3,38

Componentes que eflorescen con retardo:

Alil amil glicolato 0,14 alfa-terpineol 0,38 anisalaldehído 0,18 butirato de etilo, 0,01 etil-2-metilbutirato 0,26 etil-2-metilpentanoato 0,34 eucaliptol 1,36 floracetato 1,81 fruteno 1,30 geraniol 6,33 ligustral 2,16 linalool 1,03 esencia de pomelo 1,48 octilaldehído 1,43 acetato de prenilo 0,46 triplal 0,14

40 Componentes que enmascaran la base

[0091] Citratal 1,18 Habanolida 100 % 0,74 beta-ionona 0,37 Iso-E-Super 0,74 neobutenona 0,03

Componente adicional:

Dihidrojasmonato de metilo 5,89

Fragancia B:

Componentes eflorescentes:

- 5 Beta-pineno 0,08 acetato de citronelilo 3,97 decilaldehído 1,75 delta-damascone 0,39 nitrilo de geranilo 4,12 d-limoneno 17,70 Lorysia 1,40 limoleno 8,50 paracimeno 0,15 terpineoleno 10,00 tetrahidrolinalol 13,52

Componentes que eflorescen con retardo:

- 10 Alil amil glicolato 0,12 caproato de alilo 1,59 etil-2-metilbutirato 5,57 eucaliptol 0,63 floracetato 2,11 fruteno 2,11 geraniol 2,70 ligustral 4,05 linalool 0,90 esencia de pomelo 1,31 octilaldehído 1,25 alcohol fenético 0,45 acetato de prenilo 0,40 violiff 0,79

Componentes que marcan la base:

Citratol 0,38 clonal 0,16 Cyclabut 1,59 Florhydal 0,08 nectarilo 2,39 neobutenona 0,16

Componente adicional:

Dihidrojasmonato de metilo 9,68

- 15 Fragancia C:

Limoneno 100

Fragancia D:

Citronelal 100

Coloide protector:

- 20 Coloide protector 1: metilhidroxipropilcelulosa (con una viscosidad según Brookfield (a 20 °C, 20 rpm, 2 % en peso) de 90-125 mPas), 5 % en peso de solución en agua.

Coloide protector 2: Solución de alcohol de polivinilo: 10 % en peso de agua, grado de hidrólisis 79 %, grado de polimerización medio

PW: 1900

- 25 Abreviaciones de los monómeros:

MMA metacrilato de metilo

MAS ácido metacrílico

BDA2 diacrilato de 1,4-butanodiol

PETIA acrilato de pentaeritritol

- 30 EGDMA dimetilacrilato de etilenglicol

DMAEMA N,N-metacrilato de dimetilaminoetilo.

Ejemplo 1 (corresponde al método 1):

EGDMA

ES 2 612 582 T3

40/20/40 MMA/MAS/EGDMA aceite blanco

Primero se produjeron la fase acuosa y la fase oleosa de forma separada, con la siguiente composición:

Fase acuosa:

207,0 g de agua

5 120,33g de coloide protector 1

60,20 g de coloide protector 2

1,12 g de una solución acuosa de nitrito de sodio al 2,5 % en peso

Fase oleosa:

144 g de la fragancia A

10 96 g de aceite

24,0 g de metacrilato de metilo

12,0 g de ácido metacrílico

24,55 g de solución acuosa de EGDMA al 98 % en peso

1,20 g de t-butil perneodecanoato

15 Entrada 1:

3,6 g de una solución acuosa de terc.-butil hidroperóxido al 10 % en peso en hidrocarburos

Entrada 2:

16,25g de una solución acuosa de ácido ascórbico al 2 % en peso

20 La fase acuosa se preparó a temperatura ambiente. Después de agregar la fase oleosa se dispersó con un agitador de disolución a 3500 Upm durante 40 minutos. La emulsión producida se calentó mediante agitación con agitador de ancla durante 60 minutos a 50 °C, dentro de otros 60 minutos a 75 °C y se mantuvo a 75 °C durante dos horas.

25 A la dispersión de microcápsulas producida se agregó mediante agitación entrada 1. La entrada 2 se agregó mediante dosificación en 50 minutos, mientras que se enfrió en 60 minutos a temperatura ambiente. La dispersión de microcápsulas producida presentó un contenido de sustancias sólidas de 44,9 % y un tamaño medio de las partículas de 2,13 µm (medido con difracción de Fraunhofer, valor medio del volumen).

Ejemplo 2 (corresponde al método 2):

PETIA

30/40/30 MMA/PETIA/MAS aceite blanco

Primero se produjeron la fase acuosa y la fase oleosa de forma separada, con la siguiente composición:

30 Fase acuosa:

271,62 g de agua

82,19 g de coloide protector 1

20,55 g de coloide protector 2

0,91 g de una solución acuosa de nitrito de sodio al 2,5 % en peso

Fase oleosa:

120 g de la fragancia A

70,28g de aceite

5 14,31 g de MMA

19,09 g de PETIA

14,31 g de MAS

0,95 g de t-butil perneodecanoato

Entrada 1:

10 2,33 g de una solución acuosa de terc.-butil hidroperóxido al 10 % en peso

Entrada 2:

12,24 g de una solución acuosa de ácido ascórbico al 1 % en peso

15 La fase acuosa se preparó a temperatura ambiente. Después de agregar la fase oleosa se dispersó con un agitador de disolución a 3500 Upm durante 40 minutos. La emulsión producida se calentó mediante agitación con agitador de ancla durante 60 minutos a 70 °C, dentro de otros 60 minutos a 85 °C, y se mantuvo a 85 °C durante una hora. A la dispersión de microcápsulas producida se agregó mediante agitación entrada 1. La entrada 2 se agregó mediante dosificación en 50 minutos, mientras que se enfrió en 60 minutos a temperatura ambiente. La dispersión de microcápsulas producida presentó un contenido de sustancias sólidas de 40,7 % y un tamaño medio de las partículas [0,9] de 2,9 µm (medido con difracción de Fraunhofer, valor medio del volumen).

20 Los ejemplos X1 y X2 iustran la presente invención en la producción de microcápsulas con una carga más elevada de fragancia según los métodos 1, así como 2. En esos ejemplos, la parte en masa de la fase oleosa se mantuvo constante y estaba compuesta solamente por fragancia y monómeros. La cantidad de disolvente fue reemplazada por la cantidad de fragancia, lo cual aumenta la carga de las microcápsulas con fragancia. Eso permite regular la concentración de la fragancia. Esa clase de modificación de la carga de fragancia puede aplicarse para diferentes tipos de paredes de cápsulas.

25

Los ejemplos 6, 7, 10 y 11 son ejemplos de referencia.

Ejemplos 3 a 15

30

35

Ejemplo N°	Método N°	Contenido de sólidos		Componente activo	Fragancia	Monómero (cubierta) - % en peso					Diámetro de las partículas [µm]	Resultado de la prueba del índice de evaporación [%]
		% en peso teórico	% en peso hallado			MMA	BDA2	PETIA	EGDMA	MAS		
3	2	40	40,4	50	Fragancia A	40		30	10	20	3,66	3,5
4	2	40	40,1	50	Fragancia A	30		30		40	3,54	1,4
2	2	40	40,66	50	Fragancia B	30		40		30	2,9	2,4
X2	2	40	38,02	78,3	Fragancia A	30		40		30	3,52	4,1
5	2	40	41,25	50	Fragancia B	30		30		40	4,12	1,4
6	2	40	41,42	50	Fragancia B	40	30			30	5,92	1,6
7	2	40	39,9	50	Fragancia B	40	10	30		20	3,38	1,7
1	1	43,3	42,8	45,8	Fragancia C	40			40	20	2,86	3,9
8	1	44	42,5	45,8	Fragancia C	40			30	30	2,79	1,9
X1	1	44,6	42,3	76,2	Fragancia C	40			30	30	2,91	5,2
9	1	45	44,9	45,8	Fragancia C	50			30	20	2,88	1,3
10	2	40	40,6	50	Fragancia D	30	30			40	3,8	0,3
11	2	40	39,95	50	Fragancia D	30	40			30	2,91	1,16

Ejemplo 16:

Producción y prueba de técnica de aplicación de suavizante:

- 5 Cloruro de diestearil-dimetil-amonio (75 % de contenido activo) se diluyó primero a 45°C hasta alcanzar un contenido activo de 7%, se enfrió a 25°C y después se mezcló mediante agitación con 0,6% de la fragancia (contenido activo). La producción de la formulación de suavizante tuvo lugar, en el caso A), con la mezcla suelta de sustancias odorizantes, en el caso B), con la mezcla de sustancias odorizantes del ejemplo 11 encapsulada según la invención.

- 10 A continuación, las formulaciones de suavizante así producidas fueron probadas en una lavadora (de la empresa Miele) (3,5 kg de toallas de algodón, prelavadas con un detergente líquido, no perfumado, a 40 °C, 16° dH, en el proceso de enjuagado se agregó la formulación de suavizante A, así como B, en una cantidad de 50 ml, secado en secadora con salida de aire de la empresa Miele con la regulación "seco como para guardar en el armario").

Análisis del comportamiento de liberación:

- 15 La impresión del perfume se evaluó de forma sensorial en al menos 5 toallas antes y después de un roce con las manos (véase la escala de valoración). Se indica el valor medio formado en base a ello. La evaluación se repitió respectivamente después del almacenamiento de 1 semana / 2 semanas / 4 semanas.

Definición de la escala de valoración:

Cifra Valoración

- 1 percepción muy reducida del aroma
- 20 2 percepción clara del aroma
- 3 percepción intensa del aroma

Antes del experimento de rozamiento

1 semana / 2 semanas / 4 semanas

A) 1 / 1 / 1

B) 2/2/1

5 Después del experimento de rozamiento

1 semana / 2 semanas / 4 semanas

A) 1 / 1 / 1

B) 3/2/2

10 Puede observarse claramente que el producto de acuerdo con la invención, en el caso de un tiempo de almacenamiento más prolongado y a través de una carga mecánica, presenta una liberación de perfume mejorada.

Ejemplo 17:

Producción y prueba de técnica de aplicación de un detergente líquido

15 100g de un agente tensioactivo no iónico (alcohol C₁₃-C₁₅, etoxilado con 7 EO) son preparados y calentados hasta alcanzar 50°C. A continuación, de forma sucesiva, se agregan mediante agitación 80g de 1,2-propanodiol, 85g de un ácido graso de aceite de coco y 44g de hidróxido de potasio. La mezcla en su totalidad se mezcla ahora con 507g de agua que se encuentra calentada a 45 °C. Después se incorporan 134g de un ácido sulfónico de alquil benceno, así como 30g de citrato de sodio. Después de enfriarse a temperatura ambiente se agregan a la mezcla también 20g de etanol. A esa formulación de detergente líquido se agregan mediante agitación, en el caso C), 4,5g de una mezcla suelta de sustancias odorizantes, en el caso D), 4,5g de una mezcla encapsulada de sustancias odorizantes (contenido activo).

Las formulaciones de detergente líquido producidas de ese modo fueron probadas a continuación en una lavadora (de la empresa Miele) (3,5 kg de toallas de algodón, a 40°C, 16°dH, sin aclarado, 95ml der la formulación C), así como D), secado en secadora con salida de aire de la empresa Miele con la regulación "seco como para guardar en el armario").

25 Análisis del comportamiento de liberación

La impresión del perfume se evaluó de forma sensorial en al menos 5 toallas antes y después de un roce con las manos (véase la escala de valoración). Se indica el valor medio formado en base a ello.

Antes del experimento de rozamiento

1 semana / 2 semanas / 4 semanas

30 A) 1 / 1 / 1

B) 2 / 1 / 1

Después del experimento de rozamiento

1 semana / 2 semanas / 4 semanas

A) 1 / 1 / 1

35 B) 2/2/2

Puede observarse claramente que el producto de acuerdo con la invención, en el caso de un tiempo de almacenamiento más prolongado y a través de una carga mecánica, presenta una liberación de perfume mejorada.

REIVINDICACIONES

1. Microcápsula que comprende un núcleo a), el cual contiene una fragancia o una sustancia odorizante, y una cubierta b), donde b) puede obtenerse a través de la polimerización de uno o de varios ésteres C₁-C₂₄ alquílicos del ácido acrílico y/o metacrílico y de ácido metacrílico MAS, donde el MAS se encuentra presente en una cantidad de 20 a 60 % en masa en la cubierta, y de al menos uno de los siguientes componentes: acrilato de pentaeritritol (PETIA) en una cantidad de 10 a 50 % en masa y/o dimetilacrilato de etilenglicol (EGDMA) en una cantidad de 10 a 50 % en masa, donde la cantidad (total) de PETIA y EGDMA de al menos de 30% en masa se encuentra presente en la cubierta en forma copolimerizada.
2. Microcápsula según la reivindicación 1, donde un éster C₁-C₂₄ alquílico del ácido acrílico y/o metacrílico y MAS en una cantidad de 25 a 50 % en masa y al menos uno de los siguientes componentes:

PETIA en una cantidad de 20 a 40 % en masa y/o

EGDMA en una cantidad de 20 a 40 % en masa, donde la cantidad (total) de PETIA y EGDMA de al menos 30 % en masa se encuentra presente en la cubierta en forma copolimerizada.
3. Microcápsula según la reivindicación 1 ó 2, donde el éster C₁-C₂₄ alquílico del ácido acrílico y/o metacrílico es metacrilato de metilo y MAS en una cantidad de 35 a 45 % en masa y al menos uno de los siguientes componentes:

PETIA en una cantidad de 25 a 35 % en masa y/o

EGDMA en una cantidad de 25 a 35 % en masa, donde la cantidad (total) de PETIA y EGDMA de al menos 30 % en masa se encuentra presente en la cubierta en forma copolimerizada.
4. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 3, donde el diámetro medio se ubica en el rango de 0,8 a 100 µm.
5. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 4, donde la relación del espesor de la cubierta con respecto al diámetro de la microcápsula se ubica en el rango de 0,005 a 0,1.
6. Composición química que contiene microcápsulas según una de las reivindicaciones 1 a 5.
7. Composición química según la reivindicación 6, la cual contiene al menos una sustancia seleccionada del grupo compuesto por agentes tensioactivos, desinfectantes, colorantes, ácidos, bases, formadores de complejos, biocidas, hidrótrofos, espesantes, adyuvantes, coadyuvantes, enzimas, blanqueadores, activadores de blanqueo, inhibidores de corrosión, catalizadores de blanqueo, aditivos para la protección del color, inhibidores de transferencia de color, inhibidores de agrisamiento, polímeros geoevaporímetros, aditivos de protección de fibras, siliconas, bactericidas y conservantes, disolventes orgánicos, promotores de solubilidad, mejoradores de disolución y perfume.
8. Utilización de microcápsulas según una de las reivindicaciones 1 a 5 para producir una composición según una de las reivindicaciones 6 a 7.
9. Utilización de microcápsulas según una de las reivindicaciones 1 a 5 para el tratamiento de superficies.
10. Utilización de microcápsulas según una de las reivindicaciones 1 a 5 en el lavado de textiles.
11. Utilización de una composición química según una de las reivindicaciones 6 a 7 en el lavado de textiles.
12. Objeto que presenta microcápsulas según una de las reivindicaciones 1 a 5.
13. Objeto según la reivindicación 12, el cual presenta las microcápsulas en su superficie.