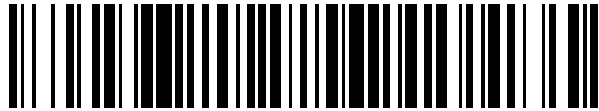


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 203**

51 Int. Cl.:

B01J 13/22	(2006.01)
A61K 8/11	(2006.01)
A61Q 5/02	(2006.01)
A61Q 5/12	(2006.01)
A61Q 13/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.08.2003 PCT/GB2003/003518**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **26.02.2004 WO04016234**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.08.2003 E 03787876 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 1534216**

54 Título: **Composiciones que comprenden un material encapsulado**

30 Prioridad:

14.08.2002 EP 02255677
25.10.2002 EP 02257436

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.07.2017

73 Titular/es:

GIVAUDAN S.A. (100.0%)
Chemin de la Parfumerie 5
1214 Vernier, CH

72 Inventor/es:

NESS, JEREMY, NICHOLAS y
MCNAMEE, JOHN

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 621 203 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

Composiciones que comprenden un material encapsulado

5 Sector de la invención

La presente invención se refiere a composiciones, en particular productos de consumo, que contienen un perfume encapsulado, y se refiere a dichas composiciones y encapsulados.

10 Antecedentes de la invención

Es conocido encapsular un perfume u otros materiales en pequeñas cápsulas (o microcápsulas), que tienen habitualmente un diámetro inferior a 1.000 micras, por una serie de razones relativas a la protección, el suministro y la liberación del perfume u otro material. Un tipo de cápsula, que se denomina como una cápsula con pared o envoltura, comprende una envoltura hueca, generalmente esférica, por ejemplo, de material insoluble en el perfume, habitualmente material polimérico, dentro de la cual está contenido el perfume u otro material.

Si dichas cápsulas se incorporan en ciertos productos de consumo que contienen disolventes y/o surfactantes, por ejemplo, champús, pueden aparecer problemas de estabilidad, tendiendo el material encapsulado a lixiviarse de las cápsulas al producto con el tiempo, como mínimo, en los casos en que el contenido de la cápsula es soluble en los ingredientes del producto.

La presente invención tiene como objetivo abordar dichos problemas de estabilidad.

25 Características de la invención

En un aspecto, la presente invención da a conocer una composición que comprende perfume encapsulado dentro de cápsulas con envoltura, comprendiendo cada cápsula una pared de encapsulación que tiene una superficie interna y una superficie externa, con un recubrimiento sobre la superficie interna y/o la superficie externa de la pared de la envoltura; y el surfactante y/o disolvente.

La composición puede ser una composición de fragancia. La expresión "composición de fragancia" se utiliza para significar una composición que contiene, como mínimo, el 0,1% en peso de uno o más materiales de perfume (tal como se describe a continuación). El material de perfume puede estar presente en la composición, encapsulado dentro de cápsulas con envoltura y/o en forma no encapsulada.

De manera preferente, la composición es un producto, en particular un producto de consumo, de manera conveniente en forma líquida o sólida. De manera preferente, el producto es un producto líquido y, de manera más preferente, un producto a base de agua.

Entre los ejemplos de productos se incluyen productos para el cuidado de tejidos, tales como detergentes para tejidos, por ejemplo, líquidos de lavado y polvos de lavado, acondicionadores de tejidos, por ejemplo, acondicionadores de aclarado y acondicionadores en láminas, productos para el tratamiento de tejidos, incluyendo productos revitalizadores del tejido, por ejemplo, pulverizadores, pulverizadores de almidón, pulverizadores para planchado y pulverizadores quitamanchas; productos para el cuidado personal, tales como productos para el cuidado de la piel, el cuidado del cabello y de higiene personal, incluyendo champús para el cabello, jabones líquidos y geles de ducha, espumas de baño, jabón de tocador, pasta de dientes, enjuagues bucales, desodorantes y antitranspirantes, cremas y lociones para la piel y similares, colonias, pulverizador corporal, perfume personal; y productos para el hogar, tales como limpiadores de baño, limpiadores de superficies duras, limpiadores abrasivos, limpiadores de uso general y blanqueadores.

Habitualmente, el producto estará formado de una composición generalmente convencional, tal como es conocido para los expertos en la materia, y puede comprender, además, excipientes apropiados a la naturaleza del producto. Entre los excipientes adecuados se pueden incluir fijadores, agentes suavizantes, enzimas, cargas, agentes blanqueadores, activadores de blanqueo, agentes de suspensión, espesantes, siliconas, emolientes, humectantes, vitaminas, aromas, perfumes, agentes antibacterianos, etc. Los detalles sobre excipientes adecuados para productos, tales como detergentes para tejidos, acondicionadores de tejidos, productos de limpieza personal, en particular champús para el cabello y geles de ducha, y limpiadores para el hogar se dan a conocer en los documentos WO 98/28396 y WO 98/28398. Los detalles sobre excipientes adecuados para productos de contacto ("leave-on"), tales como desodorantes y antitranspirantes, cremas para la piel, colonias, etc., se dan a conocer, por ejemplo, en L. Appell, The Formulation and Preparation of Cosmetics Fragrances and Flavours ("La formulación y preparación de fragancias y aromas de cosméticos"), Micelle Press (1994), capítulo 1.

Tal como es bien conocido, un perfume consiste, normalmente, en una mezcla de una serie de materiales de perfume, cada uno de los cuales con un olor o fragancia. El número de materiales de perfume en un perfume es habitualmente de 10 o más. La gama de materiales fragantes utilizados en perfumería es muy amplia; los materiales

proceden de una variedad de clases químicas, pero, en general, son aceites insolubles en agua. En muchos casos, el peso molecular de un material de perfume es de más de 150, pero no excede de 300.

Los perfumes utilizados en la presente invención pueden ser mezclas de materiales de perfume convencionales. Dichos materiales son, por ejemplo, productos naturales, tales como extractos, aceites esenciales, absolutos, resinoides, resinas, concretos, etc., pero también materiales sintéticos, tales como hidrocarburos, alcoholes, aldehídos, cetonas, éteres, ácidos, ésteres, acetales, cetales, nitrilos, etc., incluyendo compuestos saturados e insaturados, compuestos alifáticos, carbocíclicos y heterocíclicos.

Dichos materiales de perfume se mencionan, por ejemplo, en S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals* ("Sustancias químicas para perfumes y aromas") (Montclair, Nueva Jersey, 1969), en S. Arctander, *Perfume and Flavor Materials of Natural Origin* ("Materiales para perfumes y aromas de origen natural") (Elizabeth, Nueva Jersey, 1960) y en *Flavor and Fragrance Materials – 1991* ("Materiales para aromas y fragancias – 1991"), Allured Publishing Co, Wheaton, Ill, Estados Unidos.

Los ejemplos de materiales de perfume que se pueden utilizar en la presente invención son: geraniol, acetato de geraniol, linalol, acetato de linalilo, tetrahidrolinalol, citronelol, acetato de citronelilo, dihidromircenol, acetato de dihidromircenilo, tetrahidromircenol, terpineol, acetato de terpinilo, nonpol, acetato de nopilo, 2-fenil-etanol, acetato de 2-feniletilo, alcohol bencílico, acetato de bencilo, salicilato de bencilo, acetato de estiralilo, benzoato de bencilo, salicilato de amilo, dimetilbencilcarbinol, acetato de triclorometilfenil-carbinilo, acetato de p-terc-butilciclohexilo, acetato de isononilo, acetato de vetiverilo, vetiverol, a-hexilcinamaldehído, 2-metil-3-(p-terc-butilfenil)propanal, 2-metil-3-(p-isopropilfenil)propanal, 2-(p-terc-butilfenil)propanal, 2,4-dimetil-ciclohex-3-enilcarboxaldehído, acetato de triclododecenilo, propionato de triclododecenilo, 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexenocarboxaldehído, 4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclohexenocarboxaldehído, 4-acetoxi-3-pentil-tetrahidropirano, 3-carboximetil-2-pentilciclopentano, 2-n-heptilciclopentanona, 3-metil-2-pentil-2-ciclopentenona, n-decanal, n-dodecanal, 9-decenol-1, isobutirato de fenoxietilo, acetal dimetilico de fenilacetaldéhid, acetal dietílico de fenilacetaldéhid, geraniol nitrilo, citronelil nitrilo, acetato de cedrilo, 3-isocamfilciclohexanol, cedril metil éter, isolongifolanona, aubepin nitrilo, aubepina, heliotropina, cumarina, eugenol, vainillina, óxido de difenilo, hidroxicitronelal, iononas, metiliononas, isometiliononas, ironas, cis-3-hexenol y ésteres del mismo, almizcles de indano, almizcles de tetralina, almizcles de isocromano, cetonas macrocíclicas, almizcles de macrolactona, brasilato de etileno.

El perfume debe estar sustancialmente libre de materiales miscibles en agua, tales como dipropilenglicol. Entre los disolventes que se pueden utilizar para perfumes se incluyen, por ejemplo: ftalato de dietilo, citrato de trietilo, etc.

Además del perfume de las cápsulas con envoltura descrito anteriormente, o como alternativa, también pueden estar presentes uno o más segundos materiales que pueden ser insolubles en el surfactante y/o disolvente de las composiciones definidas en el presente documento. Entre los ejemplos de dichos materiales insolubles se incluyen ciertos agentes acondicionadores (por ejemplo, dimeticonas de alto peso molecular), pigmentos (por ejemplo, dióxido de titanio) y agentes contra la caspa (por ejemplo, zinc piritiona).

Entre los materiales opcionales adicionales que se pueden encapsular en las cápsulas con envoltura en el presente documento se incluyen colorantes y conservantes, etc.

El material encapsulado es una composición de perfume, que comprende, habitualmente, como mínimo, el 80% y, de manera preferente, como mínimo, el 90% en peso del peso total de la composición de perfume de materiales de perfume que tienen un coeficiente de reparto octanol-agua superior a 2,5 (en forma logarítmica en base 10) y, habitualmente, menos del 35% y, de manera preferente, menos del 20% en peso del peso total de la composición de perfume de materiales de perfume que tienen un coeficiente de reparto octanol-agua superior a 5 (en forma logarítmica en base 10).

El coeficiente de reparto (P) octanol-agua de un material, es decir, la proporción de la concentración de equilibrio de un material en octanol y agua, es bien conocido en la bibliografía como una medida de la hidrofobicidad y la solubilidad en agua (véase Hansch y Leo, *Chemical Reviews* 526 a 616, (1971), 71; Hansch, Quinlan y Lawrence, *J. Organic Chemistry*, 347 a 350 (1968), 33). Los valores elevados del coeficiente de partición se indican más convenientemente en forma de su logaritmo en base 10, $\log P$. Aunque los valores de $\log P$ se pueden medir experimentalmente es decir, directamente, y los datos de los $\log P$ medidos están disponibles para muchos perfumes, los valores de $\log P$ más convenientemente se calculan o se estiman aproximadamente utilizando algoritmos matemáticos. Existen varios métodos de cálculo o estimación reconocidos disponibles en el mercado y/o descritos en la bibliografía (véase por ejemplo A Leo, *Chem, Rev.* 93 (4), 1281-1306, (1993), *Calculating log P oct from structures* ("Cálculo de $\log P$ oct a partir de las estructuras"). En general, estos modelos se correlacionan muy bien, pero, para materiales específicos, se producen valores de $\log P$ que difieren en términos absolutos (en hasta 0,5 unidades logarítmicas o incluso más), sin embargo, ningún modelo está universalmente aceptado como el más exacto para todos los compuestos. Esto es particularmente cierto para las estimaciones sobre materiales de $\log P$ elevado (por ejemplo, 4 o superior). En la presente memoria, los valores de $\log P$ se obtienen utilizando el software de estimación disponible en el mercado como "LogP" de Advanced Chemistry Development Inc (ACD) con sede en Toronto que es bien conocido para la comunidad científica, y está aceptado que proporciona predicciones de alta

calidad de los valores de log P. Las referencias a valores de log P significan, de este modo, valores medios obtenidos utilizando el software ACD.

5 El porcentaje en peso de los materiales de perfume al que se hace referencia en el presente documento es en relación con el peso total de los materiales de perfume presentes en la composición y excluye, por ejemplo, la presencia de cualquiera de los disolventes o diluyentes opcionales, etc., tales como, por ejemplo, ftalato de dietilo, dipropilenglicol, benzoato de bencilo, tributilcitrato de acetilo, citrato de trietilo, Herculyn D y miristato de isopropilo.

10 Los materiales de perfume preferentes para una composición de perfume útil en el presente documento son, por lo tanto, los materiales de perfume que tienen un coeficiente de reparto (log P) octanol-agua que se encuentra dentro del intervalo de 3 a 5. Entre los ejemplos de dichos materiales de perfume se incluyen los siguientes:

15 1-(o-terc-butilciclohexiloxi)butan-2-ol, éste metílico del ácido 1,4-dimetilciclohexanocarboxílico, 10-iso-propil-2,7-dimetil-1-oxaespíro[4,5]3,6-decadieno, 1-metil-3-(2-metilpropil)ciclohexanol, 3-(4-terc-butilfenil)-2-metilpropanal, 4-metil-3-decen-5-ol, 7,9-dimetilespíro[5,5]undecan-3-ona, acetaldehído etil cis-3-hexenil acetal, acetyl diisoamylene (Q), alcohol C9 (nonanol), aldehído C9 (nonanal), aldehído C10 (decanal), aldehído C11 (aldehído undecilénico), alicate (Q), caproato de alilo, propionato de ciclohexilalilo, heptilato de alilo, hexanoato de alilo, benzoato de amilo, alcohol amil cinámico, aldehído amil cinámico, salicilato de amilo, valerato de amilo, anetol, anther (Q), aurantion (Q), bangalol (Q), beauvertate (Q), benzofenona, cinamato de bencilo, fenilacetato de bencilo, salicilato de bencilo, borneol, bourgeonal (Q), fenilacetato de butilo, calixol (Q), carvacrol, carvacril etil éter, carveol, cervolide (Q), cineol, salicilato de cis-hex-3-enilo, cistulate (Q), citral, citral dimetil acetal, citrathal (Q), citronelal, citronelol, acetato de citronelilo, nitrilo de citronelilo, citronelil oxiacetaldehído, propionato de citronelilo, cressanther (Q), nitrilo cumínico, cyclamen aldehyde (Q), salicilato de ciclohexilo, damascona alfa, dec-4-enal, dec-9-enal, dec-9-enol, dihidroanetol, dihidrocarveol, dihidrocarvona, dihidrojasmona, dihidrolinalol, dihidromircenol, acetato de dihidromircenilo, dihidroterpineol, acetato de dihidroterpinilo, dimetilheptanol, óxido de difenilo, difenilmetano, dodecilynitrilo, dupical (Q), elintaal (Q), empetaal (Q), cinamato de etilo, heptilato de etilo, etil linalol, nonanoato de etilo, octanoato de etilo, ethyl safranate (Q), acetato de fenchilo, alcohol fenchílico, florocyclene (Q), frutonile (Q), gardocylene (Q), geraniol, acetato de geranilo, geranilynitrilo, propionato de geranilo, gyrane (Q), herbanate (Q), benzoato de hexilo, aldehído hexil cinámico, salicilato de hexilo, acetato de inonilo, propionato de inonilo, iononas, iso E super (IFF), salicilato de isoamilo, isobergamate (Q), isoborneol, acetato de isobornilo, benzoato de isobutilo, cinamato de isobutilo, isoeugenol, isojasmona, jasmatone (Q), jasmopyran (Q), jessate (Q), kerfoline (Q), óxido de cal, linalol, acetato de linalilo, propionato de linalilo, maceal (Q), mefrosol (Q), acetato de mentanilo, mentol, acetato de mentilo, metil chavicol, metil eugenol, metil iononas, metil isoeugenol, metil nonil acetaldehído, carbonato de metiloctino, musk R1 (Q), mirceno, neobergamate (Q), nerol, nerolin, acetato de nerilo, acetato de nopilo, acetato de octilo, terpenos de naranja, ortholate (Q), acetato de para-cresil fenilo, para-terc-butilciclohexanol, acetato de para-terc-butilciclohexanilo, pelargone (Q), petiole (Q), benzoato de fenilo, feniletil metil etil carbinol, isobutirato de feniletilo, feniletil metil etil carbinol, fenilacetato de feniletilo, salicilato de feniletilo, pinenos, pivacyclene (Q), rhubafuran (Q), óxido de rosa, roseacetona, rosyane (Q), acetato de terpinilo, tetrahidrogeraniol, acetato de tetrahidrogeranilo, tetrahidrolinalol, acetato de tetrahidrolinalilo, tetrahidromircenol, timol, undecanal, undecen-2-nitrilo, yara yara.

Los materiales identificados por (Q) anteriores son marcas comerciales o nombres triviales, y están disponibles en Quest International. Los materiales identificados por (IFF) anteriores son marcas comerciales o nombres triviales, y están disponibles en International Flavours and Fragrances.

Las cápsulas con envoltura se pueden preparar utilizando una serie de procedimientos convencionales conocidos por los expertos en la materia para la fabricación de cápsulas con envoltura, tales como coacervación, polimerización interfacial y policondensación.

50 El procedimiento de coacervación implica habitualmente la encapsulación de un material generalmente insoluble en agua mediante la precipitación de material o materiales coloidales sobre la superficie de las gotitas del material. La coacervación puede ser simple, por ejemplo, utilizando un coloide, tal como gelatina, o complejo, en el que dos o posiblemente más coloides de carga opuesta, tales como la gelatina y goma arábica o gelatina y carboximetilcelulosa, se utilizan en condiciones cuidadosamente controladas de pH, temperatura y concentración.

55 Las técnicas de coacervación se dan a conocer, por ejemplo, en los documentos US2800458, US2800457, GB929403, EP385534 y EP376385.

60 La polimerización interfacial produce envolturas encapsuladas a partir de la reacción, como mínimo, de un material formador de paredes soluble en aceite presente en la fase oleosa, como mínimo, con un material formador de paredes soluble en agua presente en la fase acuosa. Tiene lugar una reacción de polimerización entre los dos materiales formadores de paredes dando lugar a la formación de enlaces covalentes en la interfase de las fases oleosa y acuosa para formar la pared de la cápsula. Un ejemplo de una cápsula con envoltura producida mediante este procedimiento es una cápsula de poliuretano.

65 La policondensación implica la formación de una dispersión o emulsión de material insoluble en agua, por ejemplo, perfume en una solución acuosa de precondensado de materiales poliméricos en condiciones apropiadas de

agitación para producir cápsulas de un tamaño deseado, y el ajuste de las condiciones de reacción para provocar la condensación del precondensado mediante catálisis ácida, dando lugar al condensado que se separa de la solución y que rodea el material de relleno insoluble en agua dispersado para producir una película coherente y las microcápsulas deseadas. Las técnicas de policondensación se dan a conocer, por ejemplo en los documentos
5 US3516941, US4520142, US4528226, US4681806, US4145184 y GB2073132.

Un procedimiento preferente para la formación de cápsulas con envoltura útiles en el presente documento es la policondensación, habitualmente para producir encapsulados de aminoplasto. Las resinas de aminoplasto son los
10 productos de reacción de una o más aminas con uno o más aldehídos, habitualmente formaldehído. Entre los ejemplos no limitativos de aminas adecuadas se incluyen urea, tiourea, melamina y sus derivados, benzoguanamina y acetoguanamina y combinaciones de aminas. También se pueden utilizar agentes de reticulación adecuados (por ejemplo, diisocianato de tolueno, divinil benceno, diacrilato de butanodiol, etc.) y también se pueden utilizar, según sea apropiado, polímeros secundarios para pared, tal como se ha descrito en el estado de la técnica, por ejemplo, anhídridos y sus derivados, en particular, polímeros y copolímeros de anhídrido maleico, tal como se ha dado a
15 conocer en el documento WO02/074430. Por ejemplo, se han obtenido buenos resultados con cápsulas de aminoplasto de resinas mixtas de urea/formaldehído, copolímeros de anhídrido maleico y melamina/formaldehído.

De este modo, de manera preferente, las cápsulas con envoltura son cápsulas de aminoplasto, de manera más preferente, a base de melamina, de forma individual o en combinación con otras aminas adecuadas, agentes de
20 reticulación y polímeros secundarios.

Mediante la modificación de las condiciones del procedimiento, se pueden producir cápsulas con envoltura de un tamaño deseado de una manera conocida. Las cápsulas con envoltura tienen habitualmente un diámetro medio en el intervalo de 1 a 500 micras, de manera preferente, de 1 a 300 micras, de manera más preferente, de 1 a 50
25 micras y, de la manera más preferente, de 1 a 10 micras. Los tamaños preferentes para las cápsulas con envoltura dependerán de su utilización prevista. Por ejemplo, las cápsulas con envoltura utilizadas en champús, acondicionadores de aclarado, polvos de lavar, acondicionadores en láminas y productos de limpieza del hogar tienen, de manera preferente, un diámetro medio en el intervalo de 1 a 10 micras, de la manera más preferente, de 1 a 5 micras. Si es necesario, las cápsulas con envoltura, tal como se han producido inicialmente, se pueden filtrar o
30 cribar para producir un producto con una mayor uniformidad de tamaño.

Las cápsulas con envoltura comprenden un recubrimiento sobre la superficie interna; y la superficie externa de la pared de la envoltura. En general, se puede considerar que la envoltura de las cápsulas útiles en el presente documento está formada por un conjunto muy apretado de hebras de polímero o polímeros que, en general,
35 proporciona una barrera para el perfume encapsulado. Se cree, sin embargo, que cuando las cápsulas con envoltura se mezclan con una composición que contiene surfactante y/o que contiene disolvente, por ejemplo, un producto de consumo, el surfactante y/o disolvente presente en la composición hincha la envoltura y separa suficientemente las hebras del polímero para producir poros a través de los cuales puede pasar el perfume encapsulado y/o que la estructura de la pared original contiene huecos o imperfecciones a través de los cuales
40 puede pasar el perfume encapsulado. Este es un problema particular cuando el perfume encapsulado es, en cierto grado, soluble en surfactante y/o disolvente, por ejemplo, un perfume, ya que, habitualmente, el perfume encapsulado se perderá en la composición durante un período relativamente corto de tiempo. Sin embargo, los inventores de la presente invención han descubierto que la aplicación de un recubrimiento a la superficie interna y la superficie externa de la pared de la envoltura mejora las propiedades de barrera de la envoltura y, de este modo,
45 puede mejorar la retención del perfume encapsulado en composiciones que contienen surfactante y/o que contienen disolvente. Sin desear estar ligado o limitado por la teoría, se cree que el recubrimiento endurece la envoltura para evitar que se hinche cuando está en contacto con el surfactante y/o el disolvente y/o el recubrimiento bloquea cualquier poro creado cuando la envoltura se hincha y/o bloquea cualquier hueco o poro que esté originalmente presente en la envoltura. Un recubrimiento puede ser parcial o completo. De manera preferente, dicho uno o más
50 recubrimientos son completos, de modo que las cápsulas con envoltura son, de este modo, de manera preferente, sustancialmente impermeables.

La aplicación de un recubrimiento a la superficie interna de las cápsulas con envoltura se puede llevar a cabo mediante un conjunto de procedimientos. Una estrategia implica la utilización de un material adecuado para el
55 recubrimiento que sea insoluble en el perfume a encapsular, pero que se pueda disolver en un disolvente soluble en agua, por ejemplo, etanol, carbitol, etc., que sea miscible con el perfume a encapsular. La estrategia implica disolver el material de recubrimiento, habitualmente un polímero, en el disolvente y, a continuación, disolver esta mezcla en el perfume a encapsular. A continuación, el perfume a encapsular se emulsiona, por ejemplo, en una cápsula de aminoplasto estándar formando una solución acuosa. A medida que se forma la emulsión, el disolvente se pierde en
60 el agua y el polímero precipita a partir de la solución en la superficie de las gotitas de la emulsión, formando una película en la interfase de agua/perfume a encapsular. A continuación, se lleva a cabo el procedimiento de encapsulación normal y el recubrimiento se deposita sobre la superficie interna de la envoltura. En este caso, el material de recubrimiento es habitualmente insoluble en agua, pero esto no es esencial.

En una estrategia adicional, se utiliza un material que es inmisible tanto con el perfume a encapsular como con
65 agua, y es capaz de formar una película delgada en la interfase con agua. Un ejemplo de dicho material es una

silicona. Si este material, por ejemplo, la silicona, es un líquido, se puede preparar un encapsulado con envoltura que comprende un recubrimiento de silicona sobre la superficie interna de la envoltura mediante la dispersión del material de perfume a encapsular dentro de la silicona y, a continuación, la emulsión de esta mezcla, de manera que se forma una emulsión, en la que las gotitas de perfume encapsulado están rodeadas por una película delgada de silicona. A continuación, se lleva a cabo el procedimiento de encapsulación como es habitual. Alternativamente, se puede formar una película delgada en la superficie mediante la dispersión del perfume a encapsular en agua, la adición del segundo material, por ejemplo, silicona, y el recubrimiento posterior de las gotitas de perfume encapsulantes.

Un recubrimiento de la superficie interna está formado de un polímero formador de película seleccionado entre:

poli(etileno-anhídrido maleico): poliamina, polivinilpirrolidona (PVP) y sus copolímeros seleccionados entre polivinilpirrolidona-acrilato de etilo (PVP-EA), polivinilpirrolidona-acrilato de vinilo, polivinilpirrolidona-acrilato de metil (PVP-MA), polivinilpirrolidona/acetato de vinilo, acetal polivinílico, butiral polivinílico, polisiloxano, poli(propileno/anhídrido maleico) y derivados de anhídrido maleico.

De manera preferente, el recubrimiento de la pared interna comprende polisiloxano, PVP o copolímeros de PVP, de manera más preferente, PVP o copolímeros de PVP, y, de manera incluso más preferente, copolímeros de PVP, en particular, polivinilpirrolidona-acrilato de metilo o polivinilpirrolidona-acrilato de etilo.

Un recubrimiento se puede aplicar a la superficie externa de una cápsula con envoltura mediante una variedad de técnicas convencionales de recubrimiento que incluyen pulverización, recubrimiento en lecho fluido, precipitación, etc. Por ejemplo, se puede precipitar un recubrimiento, habitualmente de polímero, a partir de una solución acuosa para condensar sobre la superficie externa de la cápsula, por ejemplo, en forma de una suspensión de cápsulas, provocándose la precipitación, por ejemplo, mediante un cambio de temperatura, un cambio de pH o la adición de sal. La cápsula con envoltura a recubrir se forma de este modo en una etapa separada, antes de la aplicación del recubrimiento a la superficie externa de la pared de la envoltura. Dependiendo de la composición del recubrimiento de la superficie externa, se puede preparar una cápsula con envoltura recubierta, por ejemplo, mediante coacervación o policondensación.

La polímeros formadores de película para recubrir la superficie externa se seleccionan entre: polivinilpirrolidona (PVP) y sus copolímeros seleccionados entre: polivinilpirrolidona/acetato de vinilo (PVP/VA), poli(vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo) (PVP/DMAEMA), poli(vinilpirrolidona/cloruro de metacrilamidopropil trimetil)amonio): melamina-formaldehído y urea-formaldehído.

De manera preferente, la superficie externa de la envoltura está recubierta con PVP o un copolímero de PVP a los que se ha hecho referencia anteriormente en el presente documento.

El recubrimiento (interno y/o externo) puede reticularse de una manera conocida, por ejemplo mediante reticulación interfacial.

Una cápsula con envoltura útil en el presente documento puede comprender más de un recubrimiento sobre la superficie externa de la envoltura.

Las cápsulas con envoltura recubierta tienen habitualmente un grosor de pared en el intervalo de 0,01 a 30 micras, de manera preferente, de 0,01 a 5 micras, de manera más preferente, de 0,03 a 1 micra, de la manera más preferente, de 0,03 a 0,5 micras. El grosor de pared se puede regular y controlar según el tamaño de encapsulado y variando las proporciones relativas de polímero de recubrimiento y de envoltura.

La proporción en peso del recubrimiento con respecto a la pared de la envoltura está habitualmente en el intervalo de 0,01 a 10:1, de manera preferente de 0,1:1 a 10:1, de manera más preferente de 0,1:1 a 3:1.

Habitualmente, la proporción en peso de material polimérico de la pared de la envoltura con respecto al perfume encapsulado está en el intervalo de 1:10 a 3:2 y, de manera preferente, en el intervalo de 1:10 a 1:2. El recubrimiento sobre la superficie interna y/o la superficie externa aumentará estas proporciones en peso.

El disolvente de la composición se puede seleccionar entre los conocidos por los expertos en la materia, e incluyen propilenglicol, dipropilenglicol, monoetil éter de dietilenglicol, miristato de isopropilo, etanol, alcohol isopropílico, alcohol butílico, monobutil éter de dietilenglicol, glicerina, mono-n-butil éter de dipropilenglicol, aceite de naranja y aceite mineral.

El surfactante de la composición se puede seleccionar entre los conocidos por los expertos en la materia, incluyendo surfactantes aniónicos, surfactantes no iónicos, surfactantes catiónicos, surfactantes anfóteros, surfactantes zwitteriónicos y mezclas de los mismos. El surfactante o surfactantes apropiados dependerán de la naturaleza de la composición, tal como se ha descrito anteriormente, tal como es conocido para los expertos en la materia. Entre los surfactantes aniónicos se incluyen jabones, surfactantes de detergentes sintéticos, surfactantes

de sulfato, surfactantes de sulfonato y surfactantes de N-acilamino. Entre los surfactantes no iónicos se incluyen etoxilatos de alquilfenol, copolímeros de bloque de polietilenglicol/polipropilenglicol, etoxilatos de alcoholes grasos y ácidos grasos, óxidos de amina terciaria de cadena larga, óxidos de fosfina terciaria de cadena larga, dialquil sulfóxidos de cadena larga, alquil polisacáridos y ésteres grasos de glicerilo de polietilenglicol. Para más detalles de los surfactantes véase, por ejemplo, el documento WO 96/12468 en las páginas 8 a 21.

La proporción en peso de disolvente/surfactante:cápsulas en la composición está convenientemente en el intervalo de 100:1 a 5:1.

La incorporación de las cápsulas en composiciones que contienen disolvente y/o surfactante se puede conseguir convenientemente mediante la adición de la suspensión de cápsulas mediante una variedad de técnicas de mezcla que son bien conocidas por los expertos en la materia. Como alternativa, la adición de composiciones sustancialmente secas (por ejemplo, polvos de lavar) se puede conseguir mediante, en primer lugar, un secado de la suspensión de cápsulas (por ejemplo, mediante secado por pulverización) seguido de la mezcla en seco.

Tal como se ha descrito anteriormente, las cápsulas con envoltura recubierta descritas en el presente documento, poseen propiedades de impermeabilidad mejoradas en composiciones que contienen surfactante y/o que contienen disolvente en comparación con los encapsulados con envoltura no recubiertas del estado de la técnica. De este modo, ventajosamente, cuando las cápsulas con envoltura que comprenden un recubrimiento sobre la superficie interna y la superficie externa de la envoltura se incorporan en composiciones que contienen surfactante y/o que contienen disolvente, las cápsulas con envoltura recubierta muestran una retención mejorada del perfume encapsulado y muestran, de este modo, una estabilidad de almacenamiento mejorada. Las cápsulas con envoltura recubierta que comprenden perfume encapsulado, cuando se incorporan en un champú, habitualmente evitan la lixiviación del perfume de los encapsulados durante semanas y, posiblemente, meses. En cambio, las cápsulas con envoltura no recubierta que contienen perfume del estado de la técnica tienden a lixiviar perfume de los encapsulados durante días, por ejemplo, a 45°C.

En un aspecto adicional, la presente invención da a conocer cápsulas que comprenden perfume encapsulado, estando el perfume encapsulado dentro de una cápsula de aminoplasto que comprende un recubrimiento de polivinilpirrolidona o copolímero de polivinilpirrolidona (de manera preferente PVP/DMAEMA) en la superficie externa de la envoltura y/o un recubrimiento de un polímero formador de película (de manera preferente, polivinilpirrolidona-acrilato de etilo) sobre la superficie interna.

La presente invención se escribirá adicionalmente, a modo de ilustración, en los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Se utilizan las siguientes formulaciones en los ejemplos.

El ejemplo de referencia 1, el ejemplo 1, el ejemplo 2, el ejemplo 3, el ejemplo 5, el ejemplo 6 y el ejemplo 7 ilustran la ventaja de los recubrimientos interiores o exteriores.

El ejemplo de referencia 3 y el ejemplo 15 son ilustrativos de la presente invención.

Todos los demás ejemplos son ejemplos de referencia.

Perfume A: este perfume se utiliza en todos los ejemplos de cápsula a continuación y es suministrado por Quest International con el código HW 4180B.

Base de champú B: se utiliza la siguiente formulación de champú para el cabello en los ejemplos comparativos 1, 2 y 4 a continuación:

Ingrediente	% en peso
Lauril éter sulfato de sodio (2 moles)	9,6
Lauril éter sulfato de amonio (2 moles)	4,5
Cloruro de sodio	2,0
Euperlan PK 3000 AM*	1,0
Ácido cítrico	cantidad suficiente para obtener un pH de 6,0-6,5
Conservante	cantidad suficiente
Agua	el resto hasta el 100%

*de Cognis, Alemania (Euperlan es una marca comercial)

Base de acondicionador de aclarado C: se utiliza la siguiente formulación de acondicionador de aclarado en el ejemplo comparativo 3 a continuación:

Ingrediente	% en peso
Rewoquat WE18*	16,7
CaCl ₂ (acuoso al 10%)	0,5
Formaldehído	0,1
Agua destilada	hasta 100,0

*Rewoquat WE18 es un metosulfato de etil hidroxietilamonio de sebo deshidrogenado (Rewoquat es una marca comercial)
de Goldschmidt (una división de Degussa AG)

5 Preparación

El agua se calienta hasta 50°C. Por separado, el Rewoquat se calienta hasta 50°C y, a continuación, se dispersa lentamente en el agua y se agita hasta que se enfría. A continuación, se añade formaldehído y se mezcla bien. Se añade lentamente la solución de cloruro de calcio y se mezcla durante cinco minutos.

10

Ejemplo de referencia 1

El siguiente ejemplo ilustra la formación de una microcápsula de policondensación estándar a base de polímero de melamina/formaldehído. Se añadió una solución de 66 g de una solución al 10% de Versa TL502 (un sulfonato sódico de poliestireno) de National Starch and Chemical Company, Bridgewater, Estados Unidos (Versa TL es una marca comercial) a 130 g de agua destilada y se ajustó a un pH de 4,5 utilizando una solución al 20% de hidróxido de sodio. Por separado, se preparó una solución al 40% de melamina en formaldehído al 37%. A continuación, se añadieron 100 g de perfume A (la "fase interna") a la solución de anhídrido, que se mantuvo en agitación continua para permitir la formación de una emulsión del perfume en agua. A continuación, se añadieron 72 g de la solución de formaldehído y melamina. La emulsión se calentó hasta 55°C en un baño de agua y se mantuvo durante dos horas bajo agitación continua y se dejó enfriar durante una noche. Las cápsulas producidas mediante este procedimiento tenían un tamaño medio de partícula de 8 µm con un contenido de perfume del 27% en la suspensión de la cápsula.

25 Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de polivinilpirrolidona sobre la superficie interna de la pared de una cápsula. Se disolvieron 10 g de polivinilpirrolidona (Luviskol K-90, de BASF) en 90 g de alcohol isopropílico. A continuación, se disolvieron 12 g de esta solución resultante en 88 g de perfume A. A continuación, la mezcla resultante se agitó y se calentó hasta 35°C durante ocho horas para formar una solución homogénea transparente. A continuación, se utilizó esta solución como la fase interna para producir cápsulas mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 6 µm con un contenido de perfume del 24,2% en la suspensión de la cápsula.

35 Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de silicona líquida sobre la superficie interna de la pared de una cápsula. Se añadieron 390 g de perfume A a un recipiente de mezcla de laboratorio y se mezclaron con 24 g de polisiloxano líquido (Dow Coming Silicone DC200/100). A continuación, esta mezcla se emulsionó con un mezclador Silverson durante una hora. A continuación, se utilizaron 100 g de la emulsión resultante como la fase interna para producir cápsulas mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 10 µm con un contenido de perfume del 25,6% en la suspensión de la cápsula.

45 Ejemplo 3

El siguiente ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de polivinilpirrolidona (PVP) sobre la superficie interna de la pared de una cápsula, reforzada adicionalmente por una reticulación interfacial. Las cápsulas se prepararon utilizando la formulación ilustrada en el ejemplo 1. Sin embargo, el proceso de encapsulación se modificó mediante la inclusión de 0,3 g de un agente de reticulación, diisocianato de tolueno, en la solución previa de PVP. Las cápsulas producidas en este ejemplo tenían un tamaño medio de partícula de 4 µm con un contenido de perfume del 24,3% en la suspensión de la cápsula.

50

Ejemplo comparativo 1

55 Este ejemplo ilustra las propiedades de retención de perfume mejoradas de cápsulas, según una estrategia de la presente invención (que tienen un recubrimiento sobre la superficie interna de la pared de una cápsula), en comparación con cápsulas estándar. Las suspensiones de cápsulas del ejemplo de referencia 1 y de los ejemplos

1-3 se mezclaron en una base de champú no perfumada B para producir las siguientes formulaciones, conteniendo cada una el 0,15% en peso de perfume (todos los porcentajes se expresan en porcentaje en peso):

Código del champú	BR1	B1	B2	B3
Base del champú B	99,444	99,380	99,414	99,383
Ejemplo de referencia 1	0,556	-	-	-
Ejemplo 1	-	0,620	-	-
Ejemplo 2	-	-	0,586	-
Ejemplo 3	-	-	-	0,617

5 A continuación, los champús se almacenaron en frascos de vidrio durante un mes a 37°C y se examinaron mediante microscopía óptica para determinar el grado de pérdida de perfume de las cápsulas. Se descubrió que las cápsulas en el champú BR1 estaban completamente vacías, mientras que se descubrió que las cápsulas en los champús B1, B2 y B3 contenían todas niveles significativos de perfume, ilustrando de este modo la utilidad de la presente invención.

10

Ejemplo 4

15 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de alcohol polivinílico sobre la superficie externa de la pared de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 1. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 1. Al final de las 2 horas a 55°C, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 80°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico en agua (Celvol 203 (de bajo peso molecular, hidrolizado al 87-98%), de Celanese Chemicals) y se calentó hasta 80°C. Se añadieron 60 g de la solución de alcohol polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el que la mezcla se enfrió lentamente. El alcohol polivinílico precipita sobre las microcápsulas, formando de este modo un recubrimiento. La suspensión final de microcápsulas tenía un contenido de perfume del 23,4%.

20

Ejemplo 5

25 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de acetal polivinílico sobre la superficie externa de la pared de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 1. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 1. Al final de las 2 horas a 55°C, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 80°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico en agua (Celvol 203, de Celanese Chemicals) y se calentó hasta 80°C. Se añadieron 60 g de la solución de alcohol polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas. A continuación, se ajustó el pH a 4,5 utilizando ácido sulfúrico y se añadieron a la mezcla 6 g de formaldehído al 37%. Se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el que la mezcla se enfrió lentamente. Durante este tiempo, se formó el acetal polivinílico y precipitó sobre las microcápsulas formando un recubrimiento. La suspensión final de microcápsulas tenía un contenido de perfume del 23,0%.

35

Ejemplo 6

40 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de un copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo insoluble en agua sobre la superficie externa de la pared de una cápsula utilizando el ejemplo de referencia 1. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 1. Al final de las 2 horas a 55°C, la emulsión de microcápsulas se mantuvo a 55°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 10% de copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo (ISP S630 de ISP Corporation) en alcohol isopropílico y se calentó hasta 55°C. Se añadieron 40 g de la solución de copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 4 horas a 55°C.

45

A continuación, se dejó enfriar la mezcla con agitación durante otras 24 horas. El copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo precipitó sobre las microcápsulas a medida que el alcohol isopropílico se evaporaba de la mezcla. La suspensión final de microcápsulas contenía el 26,8% de perfume.

Ejemplo 7

50 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de carboximetilcelulosa (CMC) sobre la superficie externa de la pared de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 1. Se preparó una solución acuosa al 10% de carboximetilcelulosa (Finea 10 (Finea es una marca comercial) mediante mezcla y calentamiento hasta que se formó una solución homogénea transparente. Mientras tanto, la suspensión de cápsulas del ejemplo de referencia 1 se secó por pulverización para formar un polvo que fluye libremente utilizando un secador por pulverización de laboratorio (Buchi Modelo 190, de Buchi Labortechnik AG). A continuación, el polvo resultante se cargó en un secador de lecho fluido de laboratorio (Glatt Modelo TR 5) y se recubrieron las cápsulas mediante pulverización de la solución de CMC utilizando técnicas de recubrimiento de lecho fluido estándar para conseguir un grosor de recubrimiento de 0,4 µm. Se analizaron las cápsulas resultantes y se descubrió que contenían el 79% de perfume.

60

Ejemplo comparativo 2

5 Este ejemplo ilustra las propiedades de retención de perfume mejoradas de cápsulas, según otra estrategia de la presente invención (que tienen un recubrimiento sobre la superficie externa de la pared de una cápsula), en comparación con cápsulas estándar. Las suspensiones de cápsulas del ejemplo de referencia 1 y de los ejemplos 4-7 se mezclaron en una base de champú no perfumada B para producir las siguientes formulaciones, conteniendo cada una el 0,2% en peso de perfume (todos los porcentajes se expresan en porcentaje en peso):

Código del champú	BR2	B4	B5	B6	B7
Base del champú B	99,259	99,145	99,130	99,254	99,747
Ejemplo de referencia 1	0,741	-	-	-	-
Ejemplo 4	-	0,855	-	-	-
Ejemplo 5	-	-	0,870	-	-
Ejemplo 6	-	-	-	0,746	-
Ejemplo 7	-	-	-	-	0,253

10 A continuación, los champús se almacenaron en frascos de vidrio durante un mes a 37°C y se examinaron mediante microscopía óptica para determinar el grado de pérdida de perfume de las cápsulas. Se descubrió que las cápsulas en el champú BR2 estaban completamente vacías, mientras que se descubrió que las cápsulas en los champús B4, B5, B6 y B7 contenían todos niveles significativos de perfume, ilustrando de este modo la utilidad de la presente invención.

15 La figura 1 muestra microfotografías ópticas que ilustran la estabilidad relativa de las cápsulas en los champús BR2 y B4. La retención de perfume en el champú B4 está claramente mejorada.

Ejemplo comparativo 3

20 Este ejemplo ilustra las propiedades de retención de perfume mejoradas de cápsulas, según la presente invención, en comparación con cápsulas estándar. Las suspensiones de cápsulas del ejemplo de referencia 1 y de los ejemplos 1, 4, 6 y 7 se mezclaron en una base de acondicionador de aclarado no perfumada C para producir las siguientes formulaciones, conteniendo cada una el 0,2% en peso de perfume (todos los porcentajes se expresan en porcentaje en peso):

Código del acondicionador	CR2	C1	C4	C6	C7
Base del acondicionador C	99,259	99,174	99,145	99,254	99,747
Ejemplo de referencia 1	0,741	-	-	-	-
Ejemplo 1	-	0,826	-	-	-
Ejemplo 4	-	-	0,855	-	-
Ejemplo 6	-	-	-	0,746	-
Ejemplo 7	-	-	-	-	0,253

30 A continuación, los acondicionadores de aclarado se almacenaron en frascos de vidrio durante un mes a 37°C y se examinaron mediante microscopía óptica para determinar el grado de pérdida de perfume de las cápsulas. Se descubrió que las cápsulas en el acondicionador CR1 estaban completamente vacías, mientras que se descubrió que las cápsulas en los acondicionadores C1, C4, C6 y C7 contenían todas niveles significativos de perfume, ilustrando de este modo la utilidad de la presente invención.

Ejemplo de referencia 2

35 Este ejemplo ilustra la formación de un encapsulado típico de coacervados complejos. Se añadieron 25 g de gelatina tratada con ácido (punto isoelectrico 8, resistencia del gel de 180 g Bloom) y 2,5 g de carboximetilcelulosa (Blanose Gum, de ISP Corporation, Nueva Jersey, Estados Unidos) a 700 g de agua y se mezclaron con calentamiento a 60°C hasta que se formó una solución homogénea transparente. A continuación, se ajustó el pH a 5,5 con una solución acuosa al 5% de hidróxido sódico y, a continuación, se enfrió hasta 10°C. A continuación, se añadieron 100 g de perfume a esta solución mientras se mantenía el mezclado para generar una emulsión de perfume. A continuación, se mezclaron 25 g de formaldehído acuoso al 10% en la emulsión y se dejaron reposar durante 15 minutos. A continuación, se ajustó el pH de la emulsión a 10 mediante adición gota a gota de una solución acuosa al 10% de NaOH, lo que causó la formación de microcápsulas endurecidas. La suspensión resultante se analizó y se descubrió que contenía el 11,7% de perfume en peso. Las cápsulas producidas mediante este procedimiento tenían un tamaño medio de partícula de 12 µm.

Ejemplo 8

50 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de alcohol polivinílico sobre la superficie externa de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 2. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume

utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 2. Al finalizar el endurecimiento de las paredes de la cápsula, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 80°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico en agua (Celvol 203, de Celanese Chemicals) y se calentó hasta 80°C. Se añadieron 60 g de la solución de alcohol polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el que la mezcla se enfrió lentamente. El alcohol polivinílico precipita sobre las microcápsulas, formando de este modo un recubrimiento. Se midió que la suspensión final de microcápsulas tenía un contenido de perfume del 11,0%.

Ejemplo 9

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de acetal polivinílico sobre la superficie externa de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 2. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 2. Al finalizar el endurecimiento de las paredes de la cápsula, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 80°C. En paralelo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico en agua (Celvol 203, de Celanese Chemicals) y se calentó hasta 80°C. Se añadieron 60 g de la solución de alcohol polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas y se ajustó el pH a 4,5 utilizando ácido sulfúrico. A continuación, se añadieron a la mezcla 6 g de formaldehído al 37%. Se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el que la mezcla se enfrió lentamente. Se formó el acetal polivinílico y precipitó sobre las microcápsulas. La suspensión final de microcápsulas contenía el 10,8% de perfume.

Ejemplo 10

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo sobre la superficie externa de una cápsula. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 2. Al finalizar el endurecimiento de las paredes de la cápsula, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 55°C. Se preparó una solución al 10% de copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo (ISP S630, de ISP Corporation) en alcohol isopropílico y se calentó hasta 55°C. Se añadieron 40 g de la solución de copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 4 horas a 55°C. A continuación, se dejó enfriar la mezcla con agitación durante otras 24 horas. El copolímero de polivinilpirrolidona/acetato de vinilo precipitó sobre las microcápsulas a medida que el alcohol isopropílico se evaporaba de la mezcla. El nivel medido de perfume en la suspensión de cápsulas fue del 11,6%.

Ejemplo 11

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de carboximetilcelulosa (CMC) sobre la superficie externa de una cápsula utilizando cápsulas del ejemplo de referencia 2. Se preparó una solución acuosa al 10% de carboximetilcelulosa (Finea 10) mediante mezcla y calentamiento hasta que se formó una solución homogénea transparente. Mientras tanto, la suspensión de cápsulas del ejemplo de referencia 2 se secó por pulverización para formar un polvo que fluye libremente utilizando un secador por pulverización de laboratorio (Buchi Modelo 190). A continuación, el polvo resultante se cargó en un secador de lecho fluido de laboratorio (Glatt Modelo TRS) y se recubrieron las cápsulas mediante pulverización de la solución de CMC utilizando técnicas de recubrimiento de lecho fluido estándar para conseguir un grosor de recubrimiento de 0,6 µm. Se analizaron las cápsulas resultantes y se descubrió que contenían el 16% de perfume.

Ejemplo comparativo 4

Este ejemplo ilustra las propiedades de retención de perfume mejoradas de cápsulas, según la estrategia de la presente invención (que tienen un recubrimiento sobre la superficie externa de la pared de una cápsula), en comparación con cápsulas estándar. Las suspensiones de cápsulas del ejemplo de referencia 2 y de los ejemplos 8-10 se mezclaron en una base de champú no perfumada B para producir las siguientes formulaciones (todos los porcentajes se expresan en porcentaje en peso):

Código del champú	BR2	B8	B9	B10
Base del champú B	98,29	98,18	98,15	98,28
Ejemplo de referencia 2	1,71	-	-	-
Ejemplo 8	-	1,82	-	-
Ejemplo 9	-	-	1,85	-
Ejemplo 10	-	-	-	1,72

A continuación, los champús se almacenaron en frascos de vidrio durante una semana a 37°C y se examinaron mediante microscopía óptica para determinar el grado de pérdida de perfume de las cápsulas. Se descubrió que las cápsulas en el champú BR2 estaban completamente vacías, mientras que se descubrió que las cápsulas en los champús B8, B9 y B10 contenían niveles significativos de perfume, ilustrando de este modo la utilidad de la presente invención.

Ejemplo 12

Este ejemplo ilustra la formación de la cápsula con recubrimientos sobre las superficies interna y externa de la pared de la cápsula. Se disolvieron 10 g de polivinilpirrolidona (Luviskol K-90, de BASF) en 90 g de alcohol isopropílico. A continuación, se disolvieron 12 g de esta solución resultante en 80 g de perfume A. A continuación, la mezcla resultante se agitó y se calentó hasta 35°C durante ocho horas para formar una solución homogénea transparente. A continuación, se utilizó esta solución como la fase interna para producir cápsulas mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 1. Al final de las 2 horas a 55°C, se calentó la emulsión de microcápsulas hasta 80°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico en agua (Celvol 203, de Celanese Chemicals) y se calentó hasta 80°C. Se añadieron 60 g de la solución de alcohol polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el que la mezcla se enfrió lentamente. El alcohol polivinílico precipita sobre las microcápsulas, formando de este modo un recubrimiento y, por lo tanto, creando una pared externa. La suspensión final de microcápsulas tenía un contenido de perfume del 22,3%.

Ejemplo de referencia 3

El siguiente ejemplo ilustra la formación de una microcápsula a base de resinas mixtas de polímeros de urea/formaldehído, poli(propileno/anhídrido maleico) y melamina/formaldehído. Se mezclaron 100 g de una solución al 10% en peso de poli(propileno/anhídrido maleico) con 200 g de agua destilada y se ajustó a un pH de 4,5 utilizando una solución al 20% en peso de hidróxido de sodio. Por separado, se preparó una solución acuosa al 60% en peso de metilol melamina (Resimene 814, de Monsanto, Resimene 814 es una marca comercial). Se añadieron 35 g de esta solución de metilol melamina a 150 g de la solución de poli(propileno/anhídrido maleico) en un recipiente de mezcla de laboratorio y se agitó con un mezclador de paletas de laboratorio estándar. Se preparó una solución de 20 g de agua y 9 g de urea en un vaso de precipitados con agitación mediante calentamiento hasta 40°C durante 1 hora. En esta solución de urea se disolvieron 0,5 g de resorcinol. A continuación, se añadió la solución de urea a la solución de metilol melamina anterior y la mezcla combinada se agitó y se enfrió durante 24 horas. A continuación, se añadieron 150 g de perfume A (la "fase interna") a la solución combinada, que se mantuvo en agitación continua para permitir la formación de una emulsión del perfume. A continuación, la emulsión se calentó hasta 55°C en un baño de agua y se mantuvo ahí durante dos horas con agitación continua para permitir la formación de las cápsulas. Las cápsulas producidas mediante este procedimiento tenían un tamaño medio de partícula de 3 µm con un contenido de perfume de aproximadamente el 23% en peso en la suspensión de cápsulas.

Ejemplo 13

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de copolímero de polivinilpirrolidona/acrilato de metilo (PVP-MA) sobre la superficie interna de la pared de una cápsula. Se disolvieron 15 g de PVP-MA en 90 g de alcohol isopropílico. A continuación, se disolvieron 10 g de esta solución resultante en 90 g de perfume A. A continuación, la mezcla resultante se agitó y se calentó hasta 35°C durante cuatro horas para formar una solución homogénea transparente. A continuación, se utilizó esta solución como la fase interna para producir cápsulas mediante el procedimiento del ejemplo de referencia 3. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 7 µm con un contenido de perfume de aproximadamente el 20% en la suspensión de cápsulas.

Ejemplo 14

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de polivinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo (PVP/DMAEMA) sobre la superficie externa de una cápsula. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo de referencia 3. Al finalizar el endurecimiento de las paredes de las cápsulas, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 55°C, se añadieron 25 g de la solución de copolímero de PVP/DMAEMA (Gafquat 755N de ISP Corporation, Nueva Jersey, Estados Unidos) a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 4 horas a 55°C. A continuación, se dejó enfriar la mezcla con agitación durante otras 24 horas, provocando la precipitación del copolímero de PVP/DMAEMA sobre las microcápsulas. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 3 µm y un nivel medido de perfume en la suspensión de cápsulas del 21,8%.

Ejemplo 15

Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de copolímero de polivinilpirrolidona/acrilato de metilo (PVP-MA) sobre la superficie interna de la pared de una cápsula y de un recubrimiento de polivinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo (PVP/DMAEMA) sobre la superficie externa. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento descrito en el ejemplo 13. Al finalizar el endurecimiento de las paredes de las cápsulas, la emulsión de microcápsulas se calentó hasta 55°C. Se añadieron 35 g de la solución de copolímero de PVP/DMAEMA (Gafquat 40 de ISP Corporation, Nueva Jersey, Estados Unidos) a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 5 horas a 55°C. A continuación, se dejó enfriar la mezcla con agitación durante otras 24 horas, provocando la precipitación del copolímero de PVP/DMAEMA sobre las

microcápsulas. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 7 μm y un nivel medido de perfume en la suspensión del 18,0%.

Ejemplo de referencia 4

5 El siguiente ejemplo ilustra la formación de una microcápsula a base de resina de melamina/formaldehído con dos
polímeros secundarios de ácido 2-acrilamido-2-metil propano sulfónico y poli(propileno/anhídrido maleico). Se
añadieron 42 g de una solución al 10% en peso de poli(propileno/anhídrido maleico) a 108 g de agua destilada y se
ajustó a un pH de 4,5 utilizando una solución al 20% en peso de hidróxido de sodio. Por separado, se preparó una
10 solución acuosa al 60% en peso de metilol melamina (Resimene 814, de Monsanto). Se añadieron 45 g de esta
solución a 138 g de agua destilada en un recipiente de mezcla de laboratorio y se agitó con un mezclador de
paletas de laboratorio estándar. Se preparó una solución de 29 g de agua y 4 g de ácido 2-acrilamido-2-metil
15 propano sulfónico (monómero de AMPS) en un vaso de precipitados con agitación mediante calentamiento hasta
55°C durante 3 horas. A continuación, se añadió la solución de monómero de AMPS a la solución de metilol
melamina anterior y la mezcla combinada se agitó y se enfrió durante 24 horas. A continuación, se añadieron 165 g
de perfume A (la "fase interna") a la solución combinada, que se mantuvo en agitación continua para permitir la
formación de una emulsión del perfume. Mediante adición gota a gota, se añadieron 0,2 g de di-isocianato de
20 tolueno. A continuación, la emulsión se calentó hasta 55°C en un baño de agua y se mantuvo ahí durante ocho
horas con agitación continua para permitir la formación de las cápsulas. Las cápsulas producidas mediante este
procedimiento tenían un tamaño medio de partícula de 3 μm con un contenido de perfume de aproximadamente el
31% en peso en la suspensión de cápsulas.

Ejemplo 16

25 Este ejemplo ilustra la formación de un recubrimiento de polivinilpirrolidona/acrilato de etilo (PVP-EA) sobre la
superficie interna de la pared de una cápsula. Se disolvieron 14 g de PVP-EA en 86 g de alcohol isopropílico. A
continuación, se disolvieron 104 g de esta solución resultante en 90 g de perfume A. A continuación, la mezcla
resultante se agitó y se calentó hasta 35°C durante tres horas para formar una solución homogénea transparente. A
30 continuación, esta solución se utilizó como la fase interna para producir cápsulas mediante el procedimiento del
ejemplo de referencia 4. Las cápsulas resultantes tenían un tamaño medio de partícula de 5 μm con un contenido
de perfume de aproximadamente el 28% en la suspensión de cápsulas.

Ejemplo 17

35 Este ejemplo ilustra un recubrimiento de polivinilpirrolidona/acrilato de etilo (PVP-EA) sobre la superficie interna de
la pared de una cápsula en combinación con un recubrimiento de alcohol polivinílico (PVOH) sobre la superficie
externa de la pared de la cápsula. Se prepararon microcápsulas que contenían perfume utilizando el procedimiento
descrito en el ejemplo 16. Al finalizar el procedimiento de formación de las cápsulas, la emulsión de microcápsulas
se calentó hasta 80°C. Al mismo tiempo, se preparó una solución al 20% de alcohol polivinílico (Celvol 203, de
40 Celanese Chemicals) en agua y se calentó hasta 80°C. A continuación, se añadieron 70 g de la solución de alcohol
polivinílico a la suspensión calentada de microcápsulas y se continuó la agitación durante 24 horas, tiempo en el
que la mezcla se enfrió lentamente. El alcohol polivinílico precipitó sobre las microcápsulas, formando de este modo
un recubrimiento. Se midió que la suspensión de microcápsulas tenía un contenido final de perfume del 26,2%.

Ejemplo 18

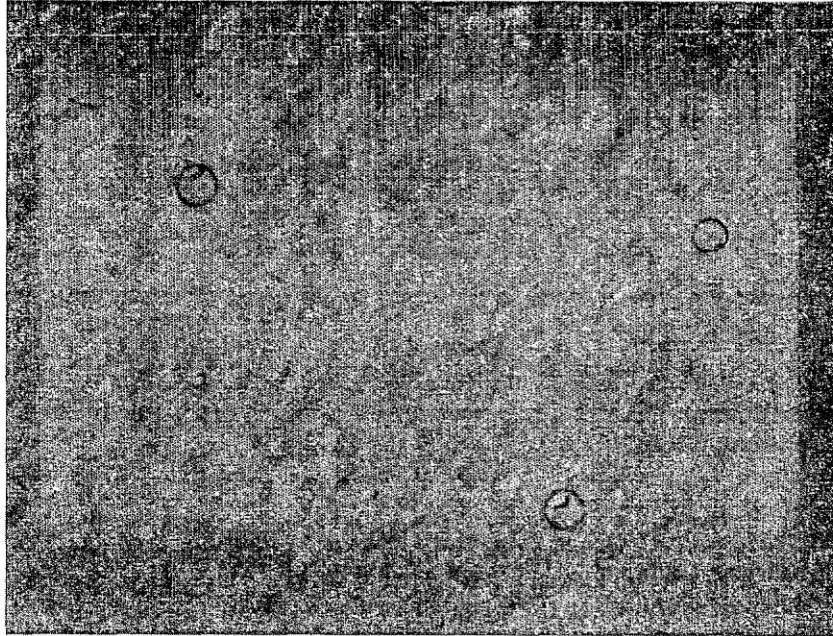
Este ejemplo ilustra la preparación de cápsulas en una forma sustancialmente libre de agua. La suspensión de
cápsulas se preparó utilizando el procedimiento del ejemplo 14. A continuación, la suspensión de cápsulas se secó
por pulverización para formar un polvo que fluye libremente utilizando un secador por pulverización de laboratorio
50 (Buchi modelo 190).

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición que comprende un perfume encapsulado dentro de cápsulas con envoltura, siendo cada cápsula una cápsula de aminoplasto y que comprende una pared encapsulada que tiene una superficie interna y una superficie externa, con un recubrimiento de un polímero formador de película sobre la superficie interna de la pared de la envoltura y un recubrimiento de polivinilpirrolidona (PVP) y sus copolímeros seleccionados entre: polivinilpirrolidona/acetato de vinilo (PVP/VA), poli(vinilpirrolidona/metacrilato de dimetilaminoetilo) (PVP/DMAEMA), poli(vinilpirrolidona/cloruro de metacrilamidopropil trimetil amonio); melanina-formaldehído y urea-formaldehído sobre la superficie externa de la pared de la envoltura; y un surfactante y/o disolvente, en la que el
- 10 polímero formador de película se selecciona entre el grupo que comprende poli(etileno-anhídrido maleico); poliamina, polivinilpirrolidona (PVP) y sus copolímeros seleccionados entre polivinilpirrolidona-acrilato de etilo (PVP-EA), polivinilpirrolidona-acrilato de vinilo, polivinilpirrolidona-acrilato de metilo (PVP-MA), polivinilpirrolidona/acetato de vinilo, acetal polivinílico, butiral polivinílico, polisiloxano, poli(propileno/anhídrido maleico) y derivados de anhídrido maleico.
- 15 2. Composición, según la reivindicación 1, en la que la composición es un producto, en particular, un producto de consumo.
- 20 3. Composición, según la reivindicación 2, en la que el producto es un producto a base de agua.
4. Composición, según la reivindicación 1, que comprende, como mínimo, el 80% en peso del peso total de la composición de perfume de materiales de perfume que tienen un coeficiente de reparto octanol-agua superior a 2,5 (en forma logarítmica en base 10).
- 25 5. Composición, según la reivindicación 4, en la que menos del 35% en peso del peso total de la composición de perfume comprende materiales de perfume que tienen un coeficiente de reparto octanol-agua superior a 5 (en forma logarítmica en base 10).
- 30 6. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las cápsulas con envoltura se preparan mediante coacervación, polimerización interfacial o policondensación.
- 35 7. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las cápsulas con envoltura son cápsulas de aminoplasto, a base de melanina, de forma individual o combinada con otras aminas adecuadas, agentes de reticulación y polímeros secundarios.
8. Composición, según la reivindicación 7, en la que las cápsulas de aminoplasto comprenden una resina mixta de urea/formaldehído, copolímero o copolímeros de anhídrido maleico y polímeros de melanina/formaldehído.
- 40 9. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las cápsulas con envoltura tienen un diámetro en el intervalo de 1 a 500 micras.
10. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las cápsulas con envoltura recubierta tienen un grosor de pared en el intervalo de 0,01 a 30 micras.
- 45 11. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la proporción en peso del material de la pared de la envoltura con respecto al material encapsulado está en el intervalo de 1:10 a 3:2.
- 50 12. Composición, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la proporción en peso de disolvente/surfactante:cápsulas en la composición está en el intervalo de 100:1 a 5:1.

Figura 1 - Microfotografías ópticas de los champús BR2 y B4 después de un almacenamiento de un mes a 37°C (anchura del campo ~160µm)

Champú BR2



Champú B4

