

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 648 222**

51 Int. Cl.:

A61Q 13/00	(2006.01)	A61Q 15/00	(2006.01)
A61K 8/73	(2006.01)		
A61K 8/81	(2006.01)		
A61K 8/02	(2006.01)		
A61Q 5/02	(2006.01)		
A61Q 19/00	(2006.01)		
A61Q 19/10	(2006.01)		
C11D 3/50	(2006.01)		
C11D 17/00	(2006.01)		
A61Q 5/12	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.11.2013 PCT/EP2013/073695**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.05.2014 WO14079745**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.11.2013 E 13789357 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 2922597**

54 Título: **Partícula de administración de un agente de beneficio, composiciones que comprenden dichas partículas y un procedimiento de tratamiento de sustratos**

30 Prioridad:

23.11.2012 EP 12193981

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

29.12.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**JONES, CRAIG, WARREN y
LIMER, ADAM, JOHN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 648 222 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

Partícula de administración de un agente de beneficio, composiciones que comprenden dichas partículas y un procedimiento de tratamiento de sustratos

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una partícula, que comprende cubiertas que presentan propiedades diferentes de transición térmica (Tg), un auxiliar de deposición y opcionalmente un agente de beneficio. Estas partículas son útiles en uno amplia intervalo de composiciones para el cuidado personal y doméstico, con particular importancia en composiciones que son empleadas en un entorno acuoso que comprenda un enjuague, para el tratamiento de telas, cabello y piel.

Antecedentes de la invención

10 Muchas de las formulaciones para el cuidado personal y doméstico buscan administrar los denominados agentes de beneficio a sustratos tales como tela, cabello y piel. Se ha propuesto el encapsulamiento del agente de beneficio en partículas como un medio para mejorar la administración, lo que resulta ventajoso dado el costo de algunos agentes de beneficio. La administración de partículas en sí mismas también puede resultar útil cuando las partículas, incluso en ausencia de agentes de beneficio específicos, confieren un beneficio.

15 Estas partículas pueden comprender polímeros y se conocen muchos tipos diferentes de polimerización. En la presente memoria descriptiva se hará una distinción entre polimerización "de crecimiento en cadena" y "de crecimiento gradual". Se trata de una distinción de mecanismos de reacción bien establecida por Paul Flory en 1953 (referirse a Paul J. Flory, en "Principles of Polymer Chemistry", Cornell University Press, 1953, pág. 39, ISBN 0801401348).

20 Para los fines de la presente memoria, un "polímero de crecimiento en cadena" es un polímero que se forma a través de una reacción en la que los monómeros se unen entre sí por medio de transposición (por ejemplo, de enlaces vinílicos insaturados típicos, o por una reacción de apertura de anillo) sin pérdida de ningún átomo o molécula. Los polímeros de crecimiento en cadena se desarrollan en una sola dirección de un extremo de la cadena únicamente y de forma habitual, se usa un iniciador. En la polimerización de crecimiento en cadena, es común que una vez finalizado el desarrollo en un extremo de cadena, el extremo pasa a ser no reactivo.

25 Un ejemplo de un tipo de polimerización de crecimiento en cadena es la reacción de polimerización de radicales libres, por ejemplo, la conocida polimerización del estireno (vinilbenceno) en presencia de peróxido de benzoílo (como iniciador radical) para producir poliestireno. De forma similar, puede usarse cloruro de aluminio para iniciar la polimerización de isobutileno para formar goma sintética. Otros ejemplos incluyen las reacciones de polimerización de acrilatos o metacrilatos.

30 Un "polímero de crecimiento gradual" es un polímero cuya cadena es formada durante la reacción de monómeros polifuncionales para formar oligómeros cada vez más grandes. El desarrollo se produce en toda la matriz y el nivel de monómero cae rápidamente en las primeras etapas de la reacción. No se necesita ningún iniciador para la polimerización de crecimiento gradual y en general, los extremos de la cadena en crecimiento permanecen activos en todo momento. De manera habitual (pero no siempre) se elimina una pequeña molécula, que con frecuencia es agua, en el procedimiento de polimerización.

35 Un ejemplo de la polimerización de crecimiento gradual es la formación de poliéster por reacción de glicoles y ácidos dicarboxílicos con eliminación de agua. Otro ejemplo es la polimerización de fenol y formaldehído para producir baquelita. Otras reacciones conocidas de polimerización de crecimiento gradual son las formaciones de poliésteres, poliuretanos, poliureas, poliamidas y poliéteres.

40 Se ha usado tanto el crecimiento en cadena como el gradual para preparar partículas por polimerización, donde algunos de los componentes se encuentran presentes en la fase dispersa de una emulsión. En el caso del crecimiento en cadena, todos los componentes pueden estar presentes en forma de gotas de la fase dispersa que, una vez iniciada, reaccionan de manera interna para formar una partícula. En el caso del crecimiento gradual, los componentes pueden estar presentes tanto en la fase dispersa como en la continua para reaccionar en la superficie de la fase dispersa y formar una "cubierta" en la interfaz.

45 En el documento US 2009/312222, las partículas se preparan mediante el uso de la denominada polimerización de "mini-emulsión" para dar una partícula con un tamaño comprendido entre aproximadamente 30 nm y 500 nm. El polímero comprende unidades derivadas de monómeros que son capaces de someterse a una polimerización de radicales libres de crecimiento en cadena. El documento GB 2432851 divulga partículas derivadas de monómeros que son capaces de someterse a una polimerización de radicales libres. El documento GB 2432850 divulga partículas de núcleo/cubierta donde tanto el núcleo como la cubierta comprenden unidades de monómero que derivan de monómeros capaces de sufrir una polimerización de radicales libres.

55

La polimerización de emulsión también puede realizarse mediante el uso de reacciones de crecimiento gradual. El documento US 4622267 divulga una técnica de polimerización interfacial para la preparación de microcápsulas. El documento US 2002/169233 divulga un procedimiento de polimerización interfacial donde se forma una pared de microcápsulas de una poliamida, una resina epoxi, un poliuretano, una poliurea o similar en una interfase entre dos fases. En un principio, se disuelve el material del núcleo en un disolvente y se agrega un diisocianato alifático soluble en la mezcla disolvente. Con posterioridad, se agrega un no disolvente para el diisocianato alifático hasta justo el momento en que se alcanza el punto de opacidad. Luego, se emulsiona esta fase orgánica en una solución acuosa, y se agrega una amina reactiva a la fase acuosa. La amina se propaga en la interfase, donde reacciona con el diisocianato para formar cubiertas de poliurea polimérica.

Se han propuesto microcápsulas en las que el material de la pared comprende tanto un polímero de crecimiento gradual como un polímero de crecimiento en cadena.

El documento US 2005/0153839 divulga microcápsulas para su uso en la producción de materiales de registro termosensibles multicolores con paredes de poliuretano o poliurea. La pared de polímero incluye (a través de un enlace covalente) un polímero obtenido por polimerización radical de al menos un monómero de vinilo adicional que comprende un poliéter. Preferentemente, las materias primas para las paredes son diisocianatos. Cabe destacar que el polímero de vinilo es incluido en la pared en vez de encerrarse por ella.

El documento EP 2204155 divulga microcápsulas friables de fragancia de núcleo-cubierta a prueba de fugas que presentan cubiertas de melamina-formaldehído (polímero de crecimiento gradual) y en las que el núcleo puede comprender, opcionalmente, entre otras posibilidades, ingredientes orgánicos de alta densidad solubles en aceite que pueden prepararse por cualquier medio convencional como es la polimerización radical de monómeros insaturados tales como monómeros de vinilo o acrílico (que son polímeros de crecimiento en cadena). Alternativamente, los polímeros pueden prepararse por reacciones de condensación tales como aquellas que conducen a poliéteres o poliésteres (que son polímeros de crecimiento gradual). La fragancia comprende al menos un material cíclico de fragancia. La razón para incluir estos materiales preformados de alta densidad es hacer corresponder la densidad de las microcápsulas con la de la composición donde son usadas para evitar la separación.

El caso de los presentes inventores también en trámite de número de solicitud EP 12151460.8 describe una composición para el cuidado personal, preferentemente para su uso sobre el cabello y/o piel humana, que incluye una partícula portadora de agente de beneficio de núcleo-cubierta que comprende: a) un núcleo, que comprende opcionalmente un agente de beneficio; b) al menos una cubierta de polímero que rodea el núcleo; c) un auxiliar de deposición, unido a la cubierta externa y que no es eliminado ante su exposición al agua, auxiliar de deposición que comprende al menos un polisacárido seleccionado entre el grupo que consiste en polimannano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano, poligalactomanano, dextrano, hidroxipropilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa, hidroxipropilguar, hidroxietilcelulosa o metilcelulosa, con la condición de que la partícula no sea una partícula con un diámetro medio de menos de 50 micrómetros que comprende: i) al menos una cubierta formada por una reacción de polimerización de crecimiento gradual, ii) al menos una región, interna a dicha cubierta, formada por una reacción de polimerización de crecimiento en cadena que no involucre un isocianato, donde la cubierta sea polimerizada antes que el núcleo.

Breve descripción de la invención

En un primer aspecto, la presente invención proporciona una partícula que comprende:

- a) un núcleo, que comprende un agente de beneficio opcional;
- b) una cubierta interna que rodea al menos parcialmente el núcleo, donde dicha cubierta interna es el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un primer polímero con una temperatura de transición vítrea por encima e incluyendo 70 grados Celsius, preferentemente mayor e incluyendo 80 grados Celsius;
- c) una cubierta externa que rodea al menos parcialmente dicho núcleo, siendo dicha cubierta externa el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un segundo polímero con una temperatura de transición vítrea por debajo de e incluyendo 35 grados Celsius, en el que el segundo polímero se forma a partir de un monómero que presenta una solubilidad en agua de más de 3 g/l en condiciones normales de presión y temperatura (STP, por sus siglas en inglés); y
- d) un auxiliar de deposición, unido covalentemente con la cubierta externa.

Un segundo aspecto de la invención proporciona un procedimiento para la fabricación de un producto que comprende las partículas de acuerdo con el primer aspecto de la invención, donde las partículas y el agente de beneficio se añaden por separado a la formulación.

Un aspecto adicional de la presente invención proporciona un procedimiento para el tratamiento de un sustrato, preferentemente, en el que el sustrato se seleccione entre piel y/o cabello, que incluye la etapa de tratar el sustrato con una composición que comprenda partículas de acuerdo con el primer aspecto de la invención.

Otro aspecto adicional de la presente invención proporciona una composición para el cuidado personal o doméstico que comprende al menos una partícula de acuerdo con el primer aspecto de la invención, más preferentemente un desodorante, un antitranspirante, un champú, un acondicionador para el cabello o un producto para el cuidado de la piel o para la limpieza de la piel.

5 **Descripción detallada de la invención**

Para que la presente invención sea comprendida con mayor claridad, se describirá a continuación adicionalmente con referencia a realizaciones específicas de la invención y a otras características opcionales y/o preferentemente. Todas las cantidades citadas son en % en peso del total de la composición a menos que se lo indique de otra manera.

- 10 Salvo en los ejemplos de funcionamiento y comparativos, o cuando se lo exprese en forma explícita de otro modo, todas las cifras de esta descripción que indiquen cantidades o proporciones de material o estados de reacción, propiedades físicas o materiales y/o su uso deben interpretarse como modificadas por la expresión "aproximadamente".

La partícula

- 15 La partícula de la invención presenta una región interna, que forma el "núcleo" que puede proporcionar un colector para un agente de beneficio y una "cubierta vítrea" interna que protege al agente de beneficio y regula el flujo del agente de beneficio dentro y fuera del núcleo. Una cubierta externa al menos rodea la cubierta interna y un auxiliar de deposición se encuentra unido covalentemente a la cubierta externa. De esta forma, la partícula puede ser un portador que controle la partición termodinámica (a diferencia de la cinética) de un agente de beneficio entre la
20 región interna y cualquier otro lugar. Esto resulta en particular ventajoso cuando se requiere del agregado de agente de beneficio en una última etapa, como ser perfume, mientras las partículas y el perfume pueden dosificarse en el interior del producto por separado.

- Típicamente, la partícula presenta un diámetro promedio de menos de 10 micrómetros, y preferentemente, un diámetro promedio de menos de 1 micrómetro, más preferentemente de menos de 500 nm. Un beneficio de las
25 partículas pequeñas es que son menos visibles en productos translúcidos. Otro beneficio útil es que los tamaños inferiores a 500 nm favorecen la deposición sobre sustratos fibrosos y pueden permitir una formulación sin necesidad de sistemas de suspensión y/o estructuración. De forma más habitual, las partículas presentan un espectro de tamaños de entre 50 nm y 500 nm, preferentemente entre 100 nm y 300 nm, donde el tamaño puede controlarse por la presencia de un tensioactivo en la mezcla de polimerización.

- 30 Dado que las partículas de la presente invención pueden ser pequeñas, en especial menores que 500 nm, no requieren agentes de suspensión y por ello se simplifica la formulación del producto y se pueden elaborar productos transparentes/translúcidos. Las partículas de miniemulsión pueden ser tan pequeñas como de 50 nm.

El núcleo

- 35 El núcleo puede estar formado por una reacción de polimerización de crecimiento en cadena, que es una reacción de polimerización radical, más preferentemente de al menos un monómero etilénicamente insaturado, convenientemente un monómero vinílico, más preferentemente seleccionado entre acrilato o metacrilato. Dichos materiales permiten la compatibilidad del núcleo y el agente de beneficio opcional para que se optimicen los parámetros de administración convenientes. En particular, se pueden corresponder los parámetros de solubilidad del agente de beneficio opcional y del polímero de crecimiento en cadena que comprende el núcleo para lograr una absorción y/o una administración mejoradas.
40

- Preferentemente, el núcleo de la partícula es un material gomoso, es decir, uno que cuente con una Tg de manera tal que sea gomoso en condiciones de almacenamiento. Los materiales adecuados son los acrilatos o metacrilatos C2-C30, preferentemente C3 a C18, más preferentemente C3 a C12, donde los acrilatos y metacrilatos rectos o ramificados C3 a C8 resultan de particular preferencia, por ejemplo los butil-, hexil- y etilhexil-acrilatos y metacrilatos.
45 Cuando está presente un agente de beneficio, se pretende que el núcleo sea un disolvente para el agente de beneficio.

La cubierta interna

- La partícula comprende una cubierta interna, que rodea al menos parcialmente el núcleo, preferentemente rodea sustancialmente el núcleo y más preferentemente rodea totalmente el núcleo. (En niveles inferiores de monómero, la cubierta puede no formarse por completo alrededor del núcleo.)
50

La cubierta interna es el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un primer polímero con una temperatura de transición vítrea por encima e incluyendo 70 grados Celsius, preferentemente por encima e incluyendo 80 grados Celsius. Un rango preferentemente es el comprendido de 70 a 120 grados Celsius, más preferentemente de 80 a 115 grados Celsius y más preferentemente aún de 90 a 110 grados Celsius.

Preferentemente, la cubierta interna de la partícula es un material vítreo, es decir, uno que cuente con una Tg de manera tal que sea vítreo bajo condiciones de almacenamiento. Los materiales adecuados son metacrilato de metilos. Se pretende que la cubierta sea una barrera cinética para el agente de beneficio y que también mantenga la integridad de la cápsula. De forma habitual, la cubierta presenta un grosor de 10-100 nm, preferentemente de 20-40 nm.

La cubierta interna puede formarse por polimerización de crecimiento gradual, que no es una polimerización por condensación, y más preferentemente implica un monómero de isocianato, más preferentemente un uretano y/o una urea. Los monómeros de isocianato son reactivos, permiten una alta conversión de monómeros y forman una fuerte cubierta vítrea que puede sobrevivir el secado y otros procesamientos. Los monómeros de isocianato reaccionan por un mecanismo de crecimiento gradual pero son clasificados como un polímero de adición en virtud de que no se elimina ninguna molécula pequeña durante la polimerización.

Alternativamente, la cubierta interna puede ser formada por polimerización de crecimiento en cadena.

La cubierta externa

La partícula comprende una cubierta externa que rodea al menos parcialmente dicha cubierta interna.

La cubierta externa es el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un segundo polímero con una temperatura de transición vítrea por debajo e incluyendo 35 grados Celsius, preferentemente de -55 grados Celsius a 35 grados Celsius, más preferentemente de -50 a a 25 grados Celsius, incluso más preferentemente de -30 a 20 grados Celsius, siendo el valor más preferido el comprendido entre -30 a 15 grados Celsius.

La cubierta externa de la partícula es un material gomoso, es decir, uno que cuenta con una Tg de manera tal que sea gomoso bajo condiciones de almacenamiento. Los materiales adecuados son metacrilatos y acrilatos C1-C30, preferentemente C1-C18, más preferentemente C1-C12, donde los derivados de butilo y metilo resultan de particular preferencia, siendo el más preferido el metacrilato de metilo.

El segundo polímero se forma a partir de un monómero con una solubilidad en agua de más de 3 g/l en condiciones normales de presión y temperatura (STP), preferentemente por encima e incluyendo 10 g/l, más preferentemente por encima e incluyendo 15 g/l. Un rango preferentemente de solubilidad en agua es el comprendido entre 10 g/l y 100 g/l, más preferentemente entre 15 g/l y 70 g/l y más preferentemente aún entre 15 g/l y 60 g/l bajo condiciones normales de presión y temperatura.

El segundo polímero necesita ser lo suficientemente hidrófobo como para provocar que el auxiliar de deposición interactúe con la partícula.

El segundo polímero se encuentra presente en una cantidad comprendida preferentemente entre 0,5 % y 15 % en peso, más preferentemente entre 1 % y 10 % en peso, más preferentemente aún entre 3 % y 7,5 % en peso, siendo el valor más preferentemente el comprendido entre 4 % y 6 % en peso del total de partículas.

Auxiliar de deposición

La partícula comprende un auxiliar de deposición. En realizaciones de particular preferencia, el auxiliar de deposición es sustantivo respecto de superficies proteicas, celulósicas, de poliéster, lípido o poliamida. Al usar un auxiliar de deposición como este, puede mejorarse la eficiencia de administración a un sustrato específico.

El auxiliar de deposición es sustantivo respecto de las superficies, por ejemplo del cabello y de la piel. Al usar un auxiliar de deposición como este, puede mejorarse la eficiencia de administración a la piel o al cabello. El término "cuidado" de la forma usada en las reivindicaciones de la presente memoria descriptiva pretende incluir la limpieza así como también el acondicionamiento, la humectación y otros tratamientos de la piel y/o del cabello.

El auxiliar de deposición se une covalentemente a la cubierta externa. De esta forma, el auxiliar de deposición no debería ser eliminado ante su exposición al agua.

Los auxiliares de deposición modifican las propiedades del exterior de la partícula. Un beneficio particular que puede obtenerse con estos materiales es hacer que la partícula sea más sustantiva respecto de un sustrato deseado. Entre los sustratos deseados se incluyen los sustratos celulósicos (incluyendo el algodón), los poliésteres (incluyendo aquellos empleados en la fabricación de telas de poliéster) y los que contienen proteína (tales como la piel y el cabello). Los auxiliares de deposición se seleccionan, preferentemente, entre los siguientes: polímeros no hidrolizables sustantivos respecto del sustrato, polímeros hidrolizables sustantivos respecto del sustrato y polímeros sustantivos respecto de poliéster.

Los polímeros de polisacárido preferidos, ya sean hidrolizables o no, pueden derivar de una amplia gama de polisacáridos. Preferentemente, el polisacárido se selecciona entre el grupo que consiste en: goma de tamarindo (preferentemente que consiste en polímeros de xiloglucano), goma guar, goma de algarrobo (preferentemente que consiste en polímeros de galactomanano), y otras gomas y polímeros industriales, que incluyen, pero no se limitan a,

- 5 tara, fenogreco, aloe, chía, semillas de lino, semillas de *Psyllium*, semillas de membrillo, xantano, gelán, welano, ramsano, dextrano, curdlano, pululano, escleroglucano, esquizofilano, quitina, hidroxialquil celulosa, arabinano (preferentemente de la remolacha azucarera), arabinano sin ramificar (preferentemente de la remolacha azucarera), arabinosilano (preferentemente de centeno y harina de trigo), galactano (preferentemente de lupino y patata), galactano péctico (preferentemente de patatas), galactomanano (preferentemente de algarrobo, e incluye viscosidades tanto bajas como altas), glucomanano, liquenano (preferentemente de musgo de Islandia), manano (preferentemente de nueces de tagua), pachimano, ramnogalacturonano, goma de acacia, agar, alginatos, carragenina, quitosano, claván, ácido hialurónico, heparina, inulina, celodextrinas, celulosa, derivados de celulosa y sus mezclas.
- 10 Los auxiliares de deposición sustantivos respecto del sustrato no hidrolizables preferidos incluyen los polisacáridos no hidrolizables. El polisacárido preferido por su sustantividad respecto del algodón por ejemplo, presenta una estructura principal unida β -1,4.
- 15 Preferentemente, el polisacárido es una celulosa, un derivado de celulosa, u otro polisacárido unido β -1,4 que presenta una afinidad con la celulosa, tales como polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano y poligalactomanano o una de sus mezclas. Más preferentemente, el polisacárido se selecciona del grupo que consiste en polixiloglucano y poligalactomanano. Más preferentemente aún, el auxiliar de deposición es goma de algarrobo, xiloglucano, goma guar o sus mezclas.
- 20 En una realización, el auxiliar de deposición es un polisacárido sustantivo al menos respecto del algodón. En esta realización, el auxiliar de deposición incluye al menos un polisacárido seleccionado del grupo que consiste en polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano, poligalactomanano, dextrano, hidroxipropilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa, hidroxipropil guar, hidroxietilcelulosa o metil celulosa.
- 25 Los auxiliares de deposición sustantivos respecto del sustrato hidrolizables preferidos incluyen los polisacáridos hidrolizables. Estos comprenden un polisacárido que se ha modificado para que resulte más hidrosoluble a través de un grupo unido covalentemente al polisacárido mediante el enlace hidrolizable. Los grupos preferidos pueden seleccionarse por ejemplo, independientemente a partir de uno o más de acetato, propanoato, trifluoroacetato, 2-(2-hidroxi-1-oxopropoxi) propanoato, lactato, glicolato, piruvato, crotonato, cinamato de isovalerato, formiato, salicilato, carbamato, metilcarbamato, benzoato, gluconato, metansulfonato, tolueno, sulfonato, grupos y grupos de semiéster de ácido fumárico, malónico, itacónico, oxálico, maleico, succínico, tartárico, aspártico, glutámico y málico.
- 30 El mono acetato de celulosa es el preferido entre dichos auxiliares de deposición hidrolizables para sustantividad respecto del algodón.
- 35 Entre los auxiliares de deposición sustantivos respecto del poliéster adecuados preferentemente se incluyen polímeros que contienen ftalato, más preferentemente un polímero con uno o más componentes hidrófilos no iónicos que comprenden oxietileno, polioxietileno, segmentos de oxipropileno o polioxipropileno, y uno o más componentes hidrófobos que comprenden segmentos de tereftalato. Típicamente, los segmentos de oxialquilenos de estos auxiliares de deposición presentarán un grado de polimerización de 1 a aproximadamente 400, aunque pueden emplearse niveles más altos, preferentemente, de 100 a aproximadamente 350, más preferentemente de 200 a aproximadamente 300.
- 40 Un tipo de auxiliar de deposición preferido es un copolímero que tiene bloques aleatorios de tereftalato de óxido de polietileno y tereftalato de etileno.
- 45 Otro auxiliar de deposición polimérico preferido es un poliéster con unidades de repetición de unidades de tereftalato de etileno que contienen un 10-15 % en peso de unidades de tereftalato de etileno junto con un 90-80 % en peso de unidades de tereftalato de polioxietileno, derivado de un polietilenglicol de peso molecular promedio de 0,2 kD-40 kD. Entre los ejemplos de esta clase de polímero se incluyen los materiales disponibles en el mercado denominados ZELCON 5126 (de DuPont) y MILEASE T (de ICI). En el documento US 4702857 pueden encontrarse ejemplos de polímeros relacionados.
- 50 Otro auxiliar de deposición polimérico preferido es un producto sulfonado de un oligómero de éster sustancialmente recto comprendido por una estructura principal de éster oligomérico de unidades de repetición de tereftaloilo y oxialquilenoxi y fracciones terminales unidas covalentemente a la estructura principal. Estos agentes de liberación de suciedad se describen completamente en el documento US 4968451. Otros agentes poliméricos de liberación de suciedad adecuados incluyen los poliésteres de tereftalato del documento US 4711730, los ésteres oligoméricos aniónicos encapsuladores del documento US 4721580 y los compuestos oligoméricos de poliéster en bloque del documento US 4702857.
- 55 Los auxiliares de deposición poliméricos preferidos también incluyen los agentes de liberación de suciedad del documento US 4877896 que divulga ésteres aniónicos, en especial sulfoarolilo, ésteres de tereftalato encapsuladores.
- Otro auxiliar de deposición preferido es un oligómero con unidades de repetición de unidades de tereftaloilo, unidades de sulfoisotereftaloilo, unidades de oxietileno y oxi-1,2-propileno. Las unidades de repetición forman la

estructura principal del oligómero y preferentemente, terminan con extremos encapsulados de isetonato modificado. Un auxiliar de deposición particularmente preferido de este tipo comprende aproximadamente una unidad de sulfoisoftaloilo, 5 unidades de tereftaloilo, unidades de oxietileno y oxi-1,2-propileno en una proporción de entre aproximadamente 1,7 y aproximadamente 1,8, y dos unidades de extremo encapsulado de 2-(2-hidroxietoxi)-etansulfonato de sodio. Dicho agente de liberación de suciedad también comprende entre aproximadamente 0,5 % y aproximadamente 20 % en peso del oligómero, de un estabilizante de reducción de cristalinidad, preferentemente seleccionados entre el grupo que consiste en sulfonato de xileno, sulfonato de cumeno, sulfonato de tolueno y mezclas de los mismos.

5 El auxiliar de deposición puede ser recto o ramificado. El peso molecular preferido del auxiliar de deposición polimérico está en el intervalo de aproximadamente 5 kD a aproximadamente 500 kD, preferentemente 10 kD-500 kD, más preferentemente 20 kD-300 kD.

Preferentemente, el polímero de auxiliar de deposición se encuentra presente en niveles tales de manera que la relación entre polímero y los sólidos de partícula está en el intervalo 1:500-3:1, preferentemente 1:200-1:3.

Polímeros de crecimiento en cadena

15 El núcleo y la cubierta externa se forman por polimerización de crecimiento en cadena. En una realización, la cubierta interna también puede formarse por polimerización de crecimiento en cadena.

La polimerización de radicales libres (FRP, por sus siglas en inglés) es un procedimiento adecuado de polimerización de crecimiento en cadena. En una FRP, se polimeriza un monómero monofuncional en presencia de un iniciador de radicales libres, y opcionalmente, un agente de transferencia de cadena. Los agentes de transferencia de cadena pueden actuar para reducir el peso molecular promedio del polímero final.

20 Se prefiere el uso de un agente de transferencia de cadena separado y de un iniciador. Sin embargo, algunas moléculas pueden realizar estas dos funciones.

El iniciador de radicales libres puede ser cualquier molécula conocida que inicie la polimerización de radicales libres tales como las moléculas que contienen azo, persulfatos, iniciadores de reducción de oxidación, peróxidos, cetonas de bencilo. Estos iniciadores pueden ser activados a partir de medios térmicos, fotolíticos o químicos. En el procedimiento de la presente invención, la activación térmica resulta preferentemente.

25 Los ejemplos iniciadores adecuados incluyen pero no se limitan a 2,2'-azobis-isobutironitrilo (AIBN), ácido azobis(4-ciano-valérico), peróxido de benzoilo, cumilperóxido, 1-hidroxí-ciclohexilfenilcetona, ácido ascórbico/peróxido de hidrógeno.

30 También pueden usarse los denominados "iniferter" tales como el bencil-N,N-dietilditio-carbamato.

En algunos casos, puede usarse más de un iniciador.

Los iniciadores preferidos son: 2,2'-azobis-(2-metilbutiro-nitrilo), 2,2'-azobis(2,4-dimetil valero-nitrilo), 1,1'-azobis(ciclohexano-1-carbonitrilo) y ácido ascórbico/t-butil-hidro-peróxido dado que estos minimizan la producción de productos derivados no convenientes.

35 Preferentemente, el residuo del iniciador en una polimerización de radicales libres comprende del 0 % al 5 % peso/peso, preferentemente del 0,01 % al 5 % peso/peso y en especial del 0,01 % al 3 % peso/peso del copolímero resultante sobre la base del peso total de los monómeros.

40 El agente de transferencia de cadena es, preferentemente, una molécula que contiene tiol y puede ser monofuncional o bien, multifuncional. El agente puede ser hidrófilo, hidrófobo, anfifílico, aniónico, catiónico, neutro o zwitteriónico. La molécula también puede ser un oligómero que contiene una fracción de tiol.

Los tioles adecuados incluyen, sin que la enumeración sea taxativa, tioles de alquilo C₂-C₁₈ tales como tiol de dodecano, ácido tioglicólico, tioglicerol, cisteína y cisteamina. Asimismo, los oligómeros que contienen tiol pueden ser usados, por ejemplo la oligo(cisteína) o un oligómero que ha sido post-funcionalizado para dar uno o más grupos tiol, como ser oligoetilenglicolil(di)tioglicolato. También pueden usarse xantatos, ditioésteres y ditiocarbonatos, tales como cumilfenilditioacetato.

45 Los agentes de transferencia de cadena alternativos pueden ser cualquier especie conocida que limite el peso molecular en una polimerización de adición de radicales libres. De esta manera, el agente de transferencia de cadena también puede ser un alcohol impedido, halocarbono, alquilhaluro o un complejo o sal de metal de transición, o un estabilizante de radicales libres similar. También pueden usarse agentes de transferencia de cadena catalítica tales como los que se basan en complejos de metal de transición como ser cobalto bis(borondi-fluorodimetil-glioximato).

50 Puede utilizarse más de un agente de transferencia de cadena en combinación.

El residuo del agente de transferencia de cadena puede comprender 0 al 20 % mol, preferentemente 0 al 10 % mol, y en especial 0 al % mol de copolímero (sobre la base de la cantidad de moles del monómero monofuncional). En algunos casos, por ejemplo en el caso de algunos procedimientos de la denominada polimerización viva, no se requiere un agente de transferencia de cadena.

- 5 Los monómeros que son capaces de una polimerización de crecimiento en cadena son preferentemente etilénicamente insaturados, más preferentemente vinílicos. Como alternativa, puede usarse un mecanismo de apertura de anillo.

Los monómeros para la polimerización de crecimiento en cadena pueden comprender cualquier compuesto insaturado (o cíclico) de carbono-carbono que pueda formar un polímero de adición, por ejemplo, compuestos de vinilo y de alilo. El monómero monofuncional puede ser de naturaleza hidrófila, hidrófoba, anfífila, aniónica, catiónica, neutra o zwitteriónica. De esta manera, el monómero monofuncional puede seleccionarse de pero no limitado a monómeros tales como ácidos vinílicos, ésteres de ácido vinílico, compuestos de vinilarilo, anhídridos de ácido vinílico, vinilamidas, viniléteres, vinilaminas, vinilarilaminas, vinilnitrilos, vinilcetonas, y derivados de los compuestos mencionados con anterioridad así como también sus variantes de alilo correspondientes.

- 15 Otros monómeros monofuncionales adecuados para el polímero de crecimiento en cadena incluyen los siguientes: monómeros que contienen hidroxilo y monómeros que pueden reaccionar con posterioridad para formar grupos hidroxilo, monómeros funcionales de ácido o que contienen ácido, monómeros zwitteriónicos y monómeros amino cuaternizados.

También pueden usarse monómeros oligoméricos o oligofuncionalizados, en especial ésteres de ácido oligomérico(met)acrílico como ser ésteres de ácido mono(alquil/aril)(met)acrílico de oligo[alquilenglicol] u oligo[dimetilsiloxano] o cualquier otro aducto de monovinilo o alilo de un oligómero de peso molecular bajo. También pueden usarse mezclas de más de un monómero.

Los ácidos vinílicos preferidos y derivados de los mismos incluyen ácido (met)acrílico y sus haluros ácidos tales como cloruro de (met)acrilato.

- 25 Los ésteres de ácido vinílico preferentemente y derivados de los mismos se incluyen los siguientes: alquil(met)acrilatos C1-C20 (rectos y ramificados) tales como metil(met)acrilato, esteril(met)acrilato y 2-etilhexil(met)acrilato, aril- (met)acrilatos tales como bencil(met)acrilato, tri- (alquiloxi)siilalquil(met)acrilatos tales como trimetoxi-siilpropil(met)acrilato y ésteres activados de ácido (met)acrílico tales como N-hidroxisuccinamido(met)acrilato. Los compuestos de vinilarilo y derivados de los mismos incluyen estireno, acetoxiestireno, ácido estirensulfónico, vinilpiridina, cloruro de vinilbencilo y ácido vinilbenzoico. Los anhídridos de ácido vinílico y derivados de los mismos incluyen anhídrido maleico. Las vinilamidas y derivados de los mismos incluyen los siguientes: (met)acrilamida, N-vinilpirrolidona, N-vinilformamida, cloruro de (met)acrilamidopropiltrimetilamonio, cloruro de [3-((met)acrilamido)propil]dimetilamonio, sulfonato de 3-[N-(3-(met)acrilamidopropil)-N,N-dimetil]aminopropano, metiléter de metil(met)acrilamidoglicolato y N-isopropil(met)acrilamida.

Los viniléteres y derivados de los mismos incluyen metilviniléter. Las vinilaminas y derivados de los mismos incluyen los siguientes: dimetilaminoetil(met)acrilato, dietilaminoetil(met)acrilato, diisopropilaminoetil(met)acrilato, mono-t-butilaminoetil- (met)acrilato, morfolinoetil(met)acrilato y monómeros que pueden reaccionar con posterioridad para formar grupos amina, como ser vinilformamida. Las vinilarilaminas y derivados de los mismos incluyen vinilaminas, vinilpiridina, N-vinilcarbazol y vinilimidazol. Los vinilnitrilos y derivados de los mismos incluyen (met)acrilonitrilo. Las vinilcetonas y derivados de los mismos incluyen acroleína.

Los monómeros que contienen hidroxilo incluyen monómeros de vinilhidroxilo tales como hidroxietil(met)acrilato, hidroxipropil(met)acrilato, mono- (met)acrilato de glicerol y mono(met)acrilatos de azúcar tales como mono(met)acrilato de glucosa. Los monómeros que pueden reaccionar con posterioridad para formar grupos hidroxilo incluyen vinilacetato, acetoxiestireno y glicidil(met)acrilato. Entre los monómeros que contienen ácido o funcionales de ácido se incluyen los siguientes: ácido (met)acrílico, ácido estirensulfónico, ácido vinilfosfórico, ácido vinilbenzoico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido 2-(met)acrilamido 2-etil-propansulfónico, mono-2-((met)- acriloloxi)etilsuccinato y sulfatoetil(met)acrilato de amonio. Entre los monómeros zwitteriónicos se incluyen betaínas y colina de (met)acriloloxi-etilfosforilo, tales como hidróxido de [2-((met)acriloloxi)etil]dimetil-(3-sulfopropil)amonio. Los monómeros amino cuaternizados incluyen los haluros de (met)acriloloxi-etiltrimetilamonio.

Los monómeros oligoméricos (o poliméricos) incluyen los ésteres de ácido (met)acrílico oligoméricos tales como mono(alquil/aril)oxioligo-alquilenóxido(met)acrilatos y mono(alquil/aril)oxioligo-dimetil-siloxano(met)acrilatos. Entre estos ésteres se incluyen los siguientes: monometoxi oligo(etilenglicol) mono(met)acrilato, monometoxi oligo(propilenglicol) mono(met)acrilato, monohidroxi oligo(etilenglicol) mono(met)acrilato y monohidroxi oligo(propilenglicol) mono(met)acrilato.

Los ejemplos adicionales incluyen los vinilésteres o alilésteres, amidas o éteres de oligómeros preformados producidos a través de polimerización de apertura de anillo como ser oligo(caprolactama) u oligo(caprolactona), u

oligómeros formados a través de una técnica de polimerización viva tales como oligo(1,4-butadieno). Los monómeros poliméricos son los mismos, excepto que los oligómeros son polímeros.

En general, los macromonómeros se forman por el enlace de una fracción polimerizable, como ser un grupo vinilo o alilo, con un polímero monofuncional preformado a través de una unidad de enlace adecuada tales como un éster, una amida o un éter. Entre los ejemplos de polímeros adecuados se incluye el poli(alquilenóxido) monofuncional como ser monoetoxi[poli- (etilenóxido) o monometoxi[poli-(propilenóxido), siliconas tales como poli(dimetilsiloxano), polímeros formados por polimerización de apertura de anillo como ser poli(caprolactona) o poli(caprolactama) o polímeros monofuncionalse formas a través de polimerización viva como ser poli(1,4-butadieno).

Los macromonómeros preferidos incluyen monometoxi[poli-(etilenglicol)] mono (metacrilato), monometoxi[poli-(propilenglicol)] mono-(metacrilato), poli (dimetilsiloxano) monometacrilato.

Los monómeros de alilo correspondientes a los enumerados con anterioridad también pueden usarse cuando fuera apropiado.

Entre los monómeros más preferentemente se incluyen: monómeros que contienen amida tales como (met)acrilamida, N,N'-dimetil(met)acrilamida, N y/o N'-di(alquil o aril) (met)acrilamida, N-vinil pirolidona, cloruro de (met)acrilamidopropil trimetil amonio, cloruro de [3-(metacrolamino) propil]dimetil amonio, sulfonato de 3-[N-(3-metacrilamido-propil)-N,N-dimetil]-aminopropano, 4- (2-acrilamido-2-metilpropil-dimetilamonio) butanoato, metil acrilamidoglicolato metiléter y N-isopropil- (met)acrilamida; derivados de ácido (met)acrílico tales como ácido (met)acrílico, cloruro de (met)acrioloilo (o cualquier haluro), (alquil/aril) (met)acrilato, monómeros oligo-funcionalizados tales como monometoxi poli(etilenglicol) monometacrilato o monometoxi poli(propilenglicol) mono(met)acrilato, glicerol mono- (met)acrilato, glicidil (met)acrilato y mono(met)acrilatos de azúcar tales como mono(met)acrilato de glucosa; vinilaminas tales como dimetilaminoetil (met)acrilato, dietilaminoetil (met)acrilato, t-butilamino (met)acrilato, morfolinoetil- metacrilato, o vinilarilaminas tales como vinilanilina, vinilpiridina, N-vinilcarbazol, vinilimidazol; monómeros de vinilarilo tales como estireno, cloruro de vinilbencilo, viniltolueno, α -metilestireno, ácido estirensulfónico y ácido vinilbenzoico; monómeros de vinilhidroxilo tales como hidroxietil (met)acrilato, hidroxil propil (met)acrilato, gliceril (met)acrilato o monómeros que pueden ser funcionalizados con posterioridad en grupos hidroxilo tales como vinilacetato o acetoxiestireno; monómeros con contenido de ácido tales como ácido (met)acrílico, ácido estirensulfónico, ácido vinilfosfónico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido 2-acrilamido-2-etil propansulfónico y succinato de mono-2-(metacrioloilo)etilo. O sus aril/alquilésteres. O monómeros que contiene anhídrido carboxílico tales como anhídrido maleico; monómeros zwitteriónicos tales como colina de (met)acrioloioxetil-fosforilo, monómeros amino cuaternizados tales como cloruro de metacrioloioxetiltrimetilamonio.

El monómero de alilo correspondiente, de ser aplicable, también puede ser usado en este caso.

Los monómeros más preferentemente son los alquilacrilatos y los alquilmetacrilatos C1-C20 (rectos y ramificados); arilacrilatos y arilmetacrilatos, por ejemplo bencil- metacrilato; ésteres de ácido acrílico oligomérico y ésteres de ácido metacrílico oligomérico, por ejemplo mono(alquil- o aril)-oxioligo-[dimetilsiloxano acrilato] y mono(alquil- o aril)-oxioligo-[dimetilsiloxano metacrilato]; y acrilatos de tri(alquilo)xi-sililalquilo y metacrilatos de tri- (alquilo)xi-sililalquilo, por ejemplo, trimetoxisilil- propilacrilato y trimetoxisililpropilmetacrilato; estireno; α -metilestireno; viniltolueno y vinilacetato.

Los monómeros hidrófobos incluyen: compuestos de vinilarilo tales como cloruro de vinilbencilo y estireno; ésteres de ácido acrílico/metacrílico tales como mono-t-butilaminoetil- acrilato/metacrilato; alquilacrilatos/metacrilatos C1-C20 (rectos y ramificados), arilacrilatos/metacrilatos tales como bencilmetacrilato; ésteres de ácido mono(alquil/aril)oxioligo-[dimetilsiloxano acrilato/metacrilato] y tri(alquilo)xi-sililalquilacrilatos/metacrilatos tales como trimetoxisililpropil(met)acrilato.

Los monómeros funcionales, es decir los monómeros con grupos colgantes reactivos que pueden ser modificados antes o después con otra fracción, también pueden ser empleados, tales como glicil(met)acrilato, trimetoxisililpropil(met)acrilato, (met)acrioloilcloruro, anhídrido maleico, hidroxialquil- (met)acrilatos, ácido (met)acrílico, cloruro de vinilbencilo, ésteres activados de ácido (met)acrílico tales como N-hidroxisuccinamido(met)acrilato y acetoxiestireno.

El copolímero puede contener grupos polimerizables sin reaccionar a partir del monómero multifuncional.

Los monómeros de especial preferencia para la polimerización de crecimiento en cadena son los siguientes: alquilo, alcarilo o arilacrilatos y metacrilatos C₁-C₂₀ rectos o ramificados.

El agente de beneficio opcional

Ventajosamente, la partícula comprende un agente de beneficio que es preferentemente hidrófobo.

Tal como se mencionó con anterioridad, el agente de beneficio opcional puede ser introducido en la partícula durante su formación, o puede ser introducido en partículas "vacías" después de la formación de la partícula.

Pueden incorporarse diversos agentes de beneficio en las partículas, donde se alojarán principalmente en el núcleo. Cuando el uso final de las partículas se encuentra relacionado con un sistema que contiene un tensioactivo, puede usarse cualquier agente de beneficio compatible que pueda proporcionar un beneficio a un sustrato que sea tratado con una composición tensioactiva. Las ventajas de las partículas de la invención en presencia de un tensioactivo consisten en una buena retención del agente de beneficio durante el almacenamiento de una formulación y en una liberación controlable del agente de beneficio durante y después del uso del producto.

Los ejemplos preferentemente se incluyen los siguientes: saborizantes y fragancias, agentes de acondicionamiento (por ejemplo, siliconas y/o materiales de amonio cuaternario insoluble en aguas), protectores solares, agentes fotoprotectores, ceramidas, antioxidantes, tinturas, lubricantes, aceites insaturados, emolientes/humectantes, repelentes de insectos y/o agentes antimicrobianos.

Para composiciones para la piel, los agentes de beneficio preferentemente incluyen uno o más de los siguientes: fragancias, protectores solares, agentes aclarantes cutáneos, antimicrobianos, aceites y repelentes de insectos. Para las composiciones para el cabello, la lista de agentes de beneficio preferentemente es la misma que el agregado de agentes de protección de coloración y tintes.

Los agentes antimicrobianos preferentemente incluyen Triclosan™, climbazol, octaripox, ketoconazol, piritiona de cinc, y compuestos de amonio cuaternario.

Los protectores solares y los agentes aclarantes cutáneos preferentemente son los compuestos de vitamina B3. Los compuestos de vitamina B3 adecuados se seleccionan entre niacina, niacinamida, alcohol nicotínico, o sus derivados o sus sales. En forma ventajosa, pueden incluirse en la composición aclarante cutánea otras vitaminas, de forma de proporcionar efectos adicionales de luminosidad a la piel. Entre estas se incluyen la vitamina B6, C, A o sus precursores. Asimismo, pueden emplearse mezclas de las vitaminas en la composición de la invención. Una vitamina adicional de especial preferencia es la vitamina B6. Sin que la enumeración sea taxativa, otros ejemplos de agentes aclarantes cutáneos útiles en la presente invención incluyen: adapaleno, extracto de aloe, lactato de amonio, arbutina, ácido azelaico, butil hidroxil anisol, butil hidroxil tolueno, ésteres de citrato, desoxiarbutina, derivados de 1,3-difenil propano, ácido 2,5-di hidroxil benzoico y derivados de los mismos, 2-(4-acetoxifenil)- 1,3-ditano, 2-(4-hidroxifenil)-1,3 ditano, ácido eláxico, gluco piranosil-1 -ascorbato, ácido glucónico, ácido glicólico, extracto de té verde, 4-hidroxi-5-metil-3[2H]-furanona, hidroquinona, 4- hidroxianisol y derivados de los mismos, derivados de ácido 4-hidroxi benzoico, ácido hidroxicaprílico, inositol ascorbato, ácido kójico, ácido láctico, extracto de limón, ácido linoleico, ascorbil fosfato de magnesio, ácido 5-octanoil salicílico, derivados de 2,4-resorcinol, derivados de 3,5-resorcinol, ácido salicílico, derivados de 3,4,5-trihidroxibencilo, y sus mezclas. Los protectores solares preferentemente útiles en la presente invención son los siguientes: 2-etilhexil-p-metoxicinamato, butil metoxi dibenzoilmetano, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octil dimetil-p-amino- benzoico y sus mezclas. Los protectores solares de particular preferencia se seleccionan entre 2-etil hexil-p-metoxicinamato, 4-t-butil-4'-metoxidibenzoil-metano o sus mezclas. Otros agentes de protección solar convencionales que resultan adecuados para su uso en la composición aclarante cutánea de la invención incluyen los siguientes: 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, ácido octildimetil-p- aminobenzoico, digaloltrioleato, 2,2-dihidroxi-4- metoxi- benzofenona, etil-4-(bis(hidroxiopropil))aminobenzoato, 2-etilhexil-2- ciano-3,3-difenilacrilato, 2-etilhexil- salicilato, gliceril- p-aminobenzoato, 3,3,5-trimetil- ciclohexil-salicilato, metiltranilato, ácido p-dimetil- aminobenzoico o aminobenzoato, 2-etilhexil-p-dimetil- amino-benzoato, ácido 2-fenilbenzimidazol-5-sulfónico, ácido 2-(p- dimetilaminofenil)-5-sulfónico benzosazoico y mezclas de estos compuestos.

Los antioxidantes preferidos incluyen los siguientes: vitamina E, retinol, antioxidantes a base de hidroxitolueno tales como Irganox™ o antioxidantes disponibles en el mercado tales como la serie Trollox™.

Los materiales de perfume y fragancia (que incluyen a las profragancias) consisten en un agente de beneficio de particular preferencia.

Por ejemplo, la pro-fragancia puede ser un lípido alimenticio. Los lípidos alimenticios contienen, de forma habitual, unidades estructurales que una pronunciada hidrofobicidad. La mayoría de los lípidos derivan de ácidos grasos. En estos lípidos de "acilo", los ácidos grasos se encuentran presentes, en forma predominante, como ésteres, e incluyen monoacilgliceroles, diacilgliceroles, triacil- gliceroles, fosfolípidos, glicolípidos, lípidos de diol, ceras, ésteres de esteroil y tocoferoles. En su estado natural, los lípidos vegetales comprenden antioxidantes que evitan su oxidación. Si bien estos pueden ser removidos al menos en parte durante el aislamiento de aceites de vegetales, pueden permanecer algunos antioxidantes. Estos antioxidantes pueden ser pro-fragancias. En particular, los carotenoides y los compuestos relacionados, incluso la vitamina A, el retinol, el retinal, el ácido retinoico y la provitamina A, son capaces de ser convertidos en fragancia incluso las iononas, damasconas y damascenonas. Entre los lípidos alimenticios de pro-fragancias se incluyen los siguientes: aceite de oliva, aceite de palma, aceite de canola, escualeno, aceite de semilla de girasol, aceite de germen de trigo, aceite de almendra, aceite de coco, aceite de pepitas de uva, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de cártamo, aceite de maní, aceite de semilla de amapola, aceite de semilla de palma, aceite de salvado de arroz, aceite de sésamo, aceite de soja, aceite de semilla de cucurbitáceas, aceite de jojoba y aceite de semilla de mostaza. A continuación, se describen en mayor detalle los componentes de perfume que son materiales odoríferos.

El perfume se encuentra típicamente presente en una cantidad del 10-85 % en peso total de la partícula, preferentemente del 15-75 % en peso total de la partícula. El perfume presenta, adecuadamente, un peso molecular comprendido de 50 a 500 Dalton. Las profragancias pueden presentar un peso molecular mayor, siendo el valor habitual de 1-10 kD.

- 5 Entre los componentes útiles del perfume se incluyen materiales de origen tanto natural como sintético. Incluyen compuestos solos y en mezcla. Pueden encontrarse ejemplos específicos de dichos componentes en la literatura corriente, por ejemplo, en el Manual de Fenaroli de Ingredientes de Sabor, de 1975, editado por CRC Press; *Synthetic Food Adjuncts*, de 1947, de M. B. Jacobs, publicado por Van Nostrand; o *Perfume and Flavour Chemicals* de S. Arctander, de 1969, Montclair, N. J., (EE. UU.). Estas sustancias resultan conocidas para los expertos en la técnica de los productos de perfumes, saborizantes y/o aromatizantes para el consumo, es decir, para impartir olor y/o sabor o gusto a un producto para el consumo que tradicionalmente se lo perfuma o saboriza, o para modificar el olor y/o el sabor de dicho producto para el consumo.

15 En este contexto el término "perfume" no significa solo una fragancia de producto formulado sino también componentes seleccionados de esa fragancia, en particular aquellos propensos a perderse, tales como las denominadas "notas de salida".

20 Las notas de salida son definidas por Poucher (en el *Journal of the Society of Cosmetic Chemists* 6(2):80 [1955]). Entre los ejemplos de notas de salida conocidas se incluyen los aceites cítricos, linalol, linalilacetato, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. Las notas de salida comprenden típicamente 15-25 % en peso de una composición de perfume y en esas realizaciones de la invención que contienen un nivel mayor de notas de salida, se contempla que al menos el 20 % en peso estaría presente dentro de la partícula.

Entre los componentes de perfume típicos que resultan ventajosos para emplearlos en las realizaciones de la presente invención se incluyen aquellos con un punto de ebullición relativamente bajo, preferentemente, aquellos con un punto de ebullición inferior a 300 grados Celsius, preferentemente comprendido entre 100 grados Celsius y 250 grados Celsius.

25 También resulta ventajoso encapsular componentes de perfume que presentan un LogP bajo (es decir, aquellos que serán particionados en agua), preferentemente con un LogP de menos de 3,0. Estos materiales de punto de ebullición relativamente bajo y con un LogP relativamente bajo han sido denominados ingredientes de perfume de "desarrollo diferido" e incluyen los siguientes materiales:

30 alil caproato, amil acetate, amil propionato, aldehído anísico, anisol, benzaldehído, bencil acetato, bencil acetona, alcohol bencilico, bencil formato, bencil iso valerato, bencil propionato, beta gamma hexenol, goma de alcanfor, laevo-carvona, d-carvona, alcohol cinámico, cinamil formato, cis-jasmona, cis-3-hexenil acetato, alcohol cumínico, ciclal C, dimetil bencil carbinol, dimetil bencil carbinol acetato, etil acetato, etil aceto acetato, etil amil cetona, etil benzoato, etil butirato, etil hexil cetona, etil fenil acetato, eucaliptol, eugenol, fenchil acetato, flor acetato (triciclo decenil acetato), fruteno (triciclo decenil propionato), geraniol, hexenol, Hhexenil acetato, hexil acetato, hexil formato, alcohol hidtrópico, hidroxicitronellal, indona, alcohol isoamílico, iso mentona, isopulegil acetato, isoquinolona, ligustral, linalol, óxido de linalol, linalil formato, mentona, mentil acetfenona, metil amil cetona, metil antranilato, metil benzoato, metil benil acetato, metil eugenol, metil heptenona, metil heptina carbonato, metil heptil cetona, metil hexil cetona, metil fenil carbinil acetato, metil salicilato, metil-N-metil antranilato, nerol, octalactona, alcohol octílico, p-cresol, p-cresol metil éter, p-metoxi acetofenona, p-metil acetofenona, fenoxi etanol, fenil acetaldehído, fenil etil acetato, alcohol fenil etílico, fenil etil dimetil carbinol, prenil acetato, propil bornato, pulegona, óxido de rosa, safrol, 4-terpinenol, alfa-terpinenol, y/o viridina.

45 Es habitual que una pluralidad de componentes de perfume se encuentre presente en una formulación. En los encapsulados de la presente invención, se contempla que habrá cuatro o más, preferentemente cinco o más, más preferentemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfumes diferentes tomados de la lista de perfumes de desarrollo diferido dada con anterioridad, presentes en las partículas.

Otro grupo de perfumes con el que puede aplicarse la presente invención son los denominados materiales de "aromaterapia". Entre ellos se incluyen muchos componentes también usados en perfumería, incluso componentes de aceites esenciales tales como esclarea, eucalipto, geranio, lavanda, extracto de macis, nerolí, nuez moscada, hierbabuena, hoja de violeta dulce y valeriana.

50 Asimismo, entre los agentes de beneficios volátiles se encuentran los materiales repelentes (donde el término "insecto" debe ser interpretado en forma más amplia, incluyendo otras plagas como los artrópodos, y no estrictamente los hexápodos, por ejemplo, las garrapatas). Muchos de estos materiales se superponen con la clase de componentes de perfume y algunos son inodoros para los seres humanos o bien presentan un olor sin perfume. Entre los repelentes más comúnmente usados se incluyen: DEET (N,N-dietil-meta-toluamida), aceite esencial de eucalipto limón (*Corymbia citriodora*) y su compuesto activo p-mentan-3,8-diol (PMD), Icaridin, también conocido como Picaridin, D-Limonene, Bayrepel, y KBR 3023, Nepetalactone, también conocido como "aceite de hierba gatera", aceite de citronela, Permetrina, aceite de neem y Bog Myrtle. Entre los repelentes de insectos conocidos que derivan de fuentes naturales se incluyen: *Achillea alpina*, alfa-terpineno, aceite de albahaca (*Ocimum basilicum*),

Callicarpa americana (bayas bonitas), alcanfor, Carvacrol, aceite de ricino (*Ricinus communis*), aceite de hierba gatera (especie *Nepeta*), aceite de cedro (*Cedrus atlantica*), extracto de apio (*Apium graveolens*), canela (*Cinnamomum Zeylanicum*, aceite de hoja), aceite de citronela (*Cymbopogon fleusus*), aceite de clavo de olor (*Eugenia caryophyllata*), aceite de eucalipto (70 % + eucaliptol, también conocido como cineol), aceite de hinojo (5 *Foeniculum vulgare*), aceite de ajo (*Allium sativum*), aceite de geranio (también conocido como *Pelargonium graveolens*), aceite de lavanda (*Lavandula officinalis*), aceite esencial de eucalipto limón (*Corymbia citriodora*) y su ingrediente activo p-mentan-3,8-diol (PMD), aceite de hierba de limón o lemongras (*Cymbopogon flexuosus*), clavel de moro (especie *Tagetes*), orégano (*Tetranychus urticae* y *Eutetranychus orientalis*), aceite de neem (*Azadirachta indica*), ácido oleico, menta (*Mentha piperita*), menta poleo (*Mentha pulegium*), pelitre (de la especie *Chrysanthemum*, en particular *C. cinerariifolium* y *C. coccineum*), aceite de romero (*Rosmarinus officinalis*), bandera española o Lantana camara (*Helopeltis theivora*), zumo del fruto de *Solanum villosum*, aceite de árbol del té (10 *Melaleuca alternifolia*) y tomillo (especie *Thymus*) y sus mezclas.

Procedimientos de preparación

La polimerización se produce en al menos tres etapas, en donde se forman la cubierta y el núcleo.

15 El núcleo se forma en primer lugar y la cubierta es depositada sobre el núcleo. Este procedimiento continúa en los ejemplos que se dan más abajo.

La separación temporal de estas fases se logra a través del control de los reactivos presentes y de las condiciones de reacción.

20 De forma habitual, se retiene al menos uno de los componentes de la reacción que forma la cubierta de la mezcla de reacción inicial y se los agrega de manera gradual para controlar el avance de la reacción en la primera fase.

El procedimiento preferido es uno en el que se forma una emulsión que comprende los componentes de polímero de crecimiento en cadena en la interfase entre la fase dispersada y la fase acuosa continua.

De forma habitual, la fase acuosa comprende un agente emulsionante y un co-monómero.

25 La fase dispersa comprende el monómero de crecimiento en cadena, el iniciador, el otro co-monómero para el polímero de crecimiento gradual y cualquier agente de beneficio opcional.

Un procedimiento preferido para la preparación de las partículas comprende las siguientes etapas:

a) formar una emulsión, preferentemente que presente un diámetro medio de partícula dispersa inferior a 1.000 nm, más preferentemente inferior a 500 nm, y que presente una fase no acuosa dispersa que comprenda:

- 30 i) un primer co-monómero de cubierta interna, capaz de llevar a cabo una polimerización de crecimiento gradual con un segundo co-monómero de cubierta interna adecuado;
- ii) un agente de beneficio opcional, preferentemente un agente de beneficio organoléptico;
- iii) al menos un monómero de cubierta externa, preferentemente acrilato o metacrilato, capaz de llevar a cabo una polimerización de crecimiento en cadena; y
- 35 iv) un iniciador de radicales, preferentemente peróxido o azo-, que no sea significativamente activo a la temperatura en la que el primer co-monómero de cubierta interna es sometido a una polimerización de crecimiento gradual

y una fase acuosa continua que comprende:

- 40 I) agua
- II) un agente emulsionante,
- III) un segundo co-monómero de cubierta interna para el primer co-monómero de cubierta interna, preferentemente un diol o una diamina,

b) polimerizar el primero y el segundo co-monómeros de la cubierta interna para formar un polímero de cubierta interna con una temperatura de transición vítrea superior a los 70 grados Celsius, preferentemente superior a los 80 grados Celsius;

45 c) añadir un monómero de cubierta externa y un auxiliar de deposición y la polimerización para formar una cubierta externa con una temperatura de transición vítrea inferior a los 35 grados Celsius con un auxiliar de deposición unido covalentemente.

La cubierta interna se forma a partir del primer y el segundo co-monómeros de la cubierta interna y la cubierta externa es formada a partir del monómero de la cubierta externa.

50 Ventajosamente, el procedimiento descrito con anterioridad proporciona una reacción "en un solo recipiente" que presenta las ventajas de simplicidad y reduce pérdidas: es decir que la cubierta está formada por una polimerización de crecimiento gradual en la interfase de las gotas de emulsión y el núcleo se forma, con posterioridad, dentro de la cubierta por una polimerización de crecimiento en cadena *in situ*.

El agente de beneficio opcional puede estar presente en la mezcla de la reacción, en un nivel como para lograr los niveles de agente de beneficio en las partículas resultantes en los niveles divulgados con anterioridad, aunque también puede ser posible formar partículas "vacías" y exponerlas después a un agente de beneficio que puede ser absorbido al interior de la región interna.

- 5 En general, los materiales de modificación de superficie se añaden a la fase acuosa al final de procedimiento, cuando pueden añadirse, por ejemplo, otro monómero o monómeros para formar un material de cubierta adicional y unir materiales adicionales a la parte externa de la partícula.

Las partículas de acuerdo con la presente invención pueden estar formadas a partir de una emulsión que se produce llevando a cabo una polimerización de crecimiento gradual interfacial primero para formar una cubierta bajo condiciones donde se inhibe la polimerización de crecimiento en cadena. Con posterioridad, las condiciones son cambiadas de manera que el material dentro de la cubierta sea sometido a la polimerización de crecimiento en cadena. Un cambio adecuado en las condiciones consiste en aumentar la temperatura de una en la que se inhiba la reacción de crecimiento en cadena a otra en la que continúe. Otros cambios posibles en las condiciones consistirían, por ejemplo, en el uso de una reacción de crecimiento en cadena que dependa de la luz y no de la temperatura.

15 Agentes emulsionantes

Se conocen muchos agentes emulsionantes para ser usados en la polimerización de emulsiones. Los agentes emulsionantes adecuados para ser usados en el procedimiento de polimerización pueden comprender, sin que la enumeración sea taxativa, los siguientes: tensioactivos no iónicos tales como polivinilpirrolidona (PVP), polietilenglicol sorbitol monolaurato (Tween 20), polietilenglicol sorbitol monopalmitato (Tween 40), polietilenglicol sorbitol monooleato (Tween 80), alcohol polivinílico (PVA), y poli(etoxi)nonil fenol, copolímero de etileno-anhídrido maleico (EMA), Easy-Sperse (de ISP Technologies Inc.), tensioactivos iónicos tales como sales parcialmente neutralizadas de ácidos poliacrílicos tales como poliacrilato de sodio o de potasio o polimetacrilato de sodio o de potasio. Brij™-35, Hypermer™ A 60, o lignosulfato de sodio, y sus mezclas.

Los emulsionantes también incluyen los siguientes, sin que la enumeración sea taxativa: copolímero de ácido acrílico-alquilacrilato, ácido poliacrílico, ésteres grasos de polioxialquilsorbitán, anhídridos de polialquileno co-carboxi, anhídridos de polialquileno co-maleico, polianhídrido de metilvinil éter co-maleico, polianhídrido de metilvinil-éter co-maleico, polianhídrido de propileno co-maleico, polianhídrido de butadieno co-maleico, y anhídrido de polivinil acetato co-maleico, alcoholes polivinílicos, polialquilenglicoles, polioxialquilenglicoles, y sus mezclas.

Los agentes emulsionantes preferidos son los etoxilatos de alcohol graso (en particular, los de la clase Brij™), sales de éter sulfatos (incluso SLES), sulfonatos y sulfatos de alquilo y de alcarilo (incluso LAS y SDS) y sales cuaternarias catiónicas (incluso CTAC y CTAB).

La naturaleza del agente emulsionante puede seleccionarse de forma de asegurar que la partícula terminada sea compatible con el entorno donde será utilizada. En particular, los núcleos que se forman en presencia de sistemas tensioactivos aniónicos (por ejemplo SLES de 1 a 4 EO, preferentemente de 1 a 3 EO y los otros mencionados con anterioridad), son compatibles con productos en los que el entorno comprende un tensioactivo aniónico, tales como, por ejemplo, champús y productos para lavarse el cuerpo. Los núcleos que se forman en presencia de un tensioactivo catiónico (por ejemplo, una sal cuaternaria catiónica de acuerdo con lo mencionado con anterioridad y en particular, uno de los haluros de alquiltrimetilamonio) son compatibles con productos donde el entorno comprende un tensioactivo catiónico, por ejemplo, un acondicionador para el cabello.

Resulta de particular preferencia que el agente emulsionante comprenda, además, un tensioactivo no iónico. Se cree que produce una partícula que se deposita mejor sobre la piel o sobre el cabello que la producida solamente con un emulsionante cargado con tensioactivo. Asimismo, se prefiere que el tensioactivo no iónico sea hidrófilo, de forma de promover la formación de una mini-emulsión estable. Los etoxilatos de alcohol con más de diez (10) moles de etoxilación, por ejemplo el producto Synperonic A20 (C1320EO), dan buenos resultados. Los datos de DLS para las muestras indican que al aumentar el nivel de tensioactivo, se reduce el tamaño de partícula, lo que es una ventaja. Preferentemente, la proporción entre el emulsionante no iónico y el aniónico debería ser mayor que 1:1 (es decir que el no iónico se encuentre presente en exceso) y el nivel total de tensioactivo debería ser >3 % en peso de la mezcla de polimerización.

Co-tensioactivo:

50 De forma habitual, un co-tensioactivo estará presente en la fase dispersa y en la partícula resultante. Entre los co-tensioactivos adecuados para ser usados en la presente invención se incluyen: hexadecano, alcohol cetílico, peróxido de lauroilo, n-dodecil mercaptano, dodecil metacrilato, estearil metacrilato, poliestireno, polideceno, aceites minerales, isopropil miristato C₁₃-C₁₅ alquil benzoato y polimetil metacrilato.

Los co-tensioactivos preferentemente comprenden hexadecano, polideceno e isopropil miristato.

55 Como porcentaje en peso total de la fase oleosa, el co-tensioactivo presenta, típicamente 0-20 %, preferentemente 1-15 %, más preferentemente 2-12,5 %.

Condiciones de polimerización

De forma habitual, la temperatura de polimerización es de aproximadamente 70 grados Celsius, típicamente 70-95 grados Celsius.

5 El auxiliar de deposición puede añadirse con el material que forma la cubierta externa para unir el auxiliar de deposición con la superficie externa de la partícula mediante la formación de otro material de cubierta que atrapa una porción del auxiliar de deposición y produce una partícula "peluda" donde el "cabello" comprende el auxiliar de deposición.

Para partículas de núcleo-cubierta simples, el núcleo que excluye un agente de beneficio es menor o igual que el 80 % en peso de su masa, y en general, la cubierta es del 20 % en peso o más de la masa de la partícula.

10 Preferentemente, la etapa de polimerización de la emulsión es una polimerización denominada de "mini-emulsión" que se lleva a cabo con un tamaño de gota de fase dispersa de menos de un micrómetro. Pueden obtenerse emulsiones suficientemente finas a través de una gama de procedimientos, incluso someter a ultrasonidos y/o a través de mezcladoras dinámicas de alto corte o mezcladoras estáticas. Los productos de mini-emulsión presentan excelentes propiedades de suspensión.

15 Una partícula preferida de la invención es una partícula que comprende:

a) un núcleo, que comprende:

- i) un polímero que presenta una temperatura de transición vítrea inferior a 30 grados Celsius, y
- ii) al menos un componente de perfume

20 b) una cubierta interna insoluble en agua de poli(metacrilato) C₁-C₄ que rodea al núcleo, donde dicha cubierta interna presenta una temperatura de transición vítrea superior a los 80 grados Celsius,

c) una cubierta externa insoluble en agua de poli(acrilato) C₁-C₄ que rodea al menos parcialmente a dicha cubierta interna, donde dicha cubierta externa presenta una temperatura de transición vítrea inferior a cero grados Celsius, y

25 d) un auxiliar de deposición que es sustantivo respecto del algodón y que está unido a la cubierta externa y no es eliminado ante su exposición al agua, donde dicho auxiliar de deposición incluye al menos un polisacárido seleccionado entre el grupo que consiste en polimano, poliglucano, poliglucomano, polixiloglucano, poligalactomanano, dextrano, hidroxipropil-celulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetil-celulosa, hidroxipropil guar, hidroxietilcelulosa o metil celulosa.

Uso en productos

30 Las composiciones de producto final de la invención pueden presentarse en cualquier forma física, por ejemplo como barra sólida, pasta, gel o líquido, en especial un líquido de base acuosa.

Las partículas de la invención pueden incorporarse ventajosamente a las composiciones que contienen tensioactivo. Las partículas son incluidas, de manera habitual, en dichas composiciones en niveles comprendidos del 0,001 % al 10 %, preferentemente del 0,005 % al 7,55 %, más preferentemente del 0,01 % al 5 % en peso del total de la composición.

35

Un producto que comprende las partículas de la invención puede ser preparado mediante el agregado de las partículas y del agente de beneficio a una formulación, por separado.

Las composiciones formuladas que comprenden las partículas de la invención pueden contener un compuesto tensioactivo que puede seleccionarse de compuestos tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos con y sin jabón y sus mezclas. Muchos compuestos tensioactivos adecuados se encuentran disponibles en el mercado y se describieron ampliamente en la literatura, por ejemplo, en "Surface-Active Agents and Detergents", Volúmenes I y II, de Schwartz, Perry y Berch. Los compuestos tensioactivos preferentemente que pueden ser usados son jabones y compuestos sintéticos aniónicos y no iónicos sin jabón.

40

Los tensioactivos aniónicos adecuados resultan conocidos para los expertos en la técnica. Entre los ejemplos se incluyen alquilsulfonatos primarios y secundarios, en particular alquilsulfonatos primarios de C₈ a C₁₅; sulfatos de alquíeter; sulfonatos de olefina; sulfonatos de alquixileno; sulfosuccinatos de dialquilo; y sulfonatos de éster de ácido graso. En general, se prefieren las sales de sodio.

45

Las composiciones también pueden contener tensioactivo no iónico. Entre los tensioactivos no iónicos que pueden ser usados se incluyen los etoxilatos de alcohol primarios y secundarios, en especial los alcoholes alifáticos C₈ a C₂₀ con un promedio de entre 1 y 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, y más preferentemente los alcoholes alifáticos C₁₀ a C₁₅ primarios y secundarios etoxilados con un promedio de entre 1 y 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol. Entre los tensioactivos no iónicos no etoxilados se incluyen los siguientes: alquilpoliglicósidos, monoéteres de glicerol y polihidroxiamidas (glucamida).

50

Se prefiere que si el nivel de tensioactivo no iónico sea del 0 % al 30 % en peso, preferentemente del 1 % al 25 % en peso, más preferentemente del 2 % al 15 % en peso, el peso de una composición completamente formulada comprenda las partículas de la invención. Las partículas de la invención son particularmente usadas en composiciones empleadas en un entorno acuoso que comprende un enjuague, para el tratamiento de telas, del

5 cabello y de la piel.
Una composición para el cuidado personal o doméstico que comprende al menos una partícula de acuerdo con la invención es, de forma ventajosa, un desodorante, un antitranspirante, un champú, un acondicionador para el

10 cabello o un producto para el cuidado de la piel o para la limpieza de la piel.
Una composición que comprende partículas de la invención puede ser usada en un procedimiento para el

Ejemplos

Ejemplo 1 - Síntesis de una "partícula núcleo" típica; P1

- 15 • Se preparó una solución tensioactiva disolviendo 4,09 g de Rhodasurf B7 (Rhodia) y 0,84 g de dodecilsulfato de sodio en 285 ml de agua desmineralizada.
- Se pesaron 6,38 g de hexadecano, 166,8 g de monómero de butilmetacrilato en un recipiente de 500 ml y se agitó con suavidad la mezcla para formar una emulsión cruda.
- 20 • Mediante el uso de una sonda sónica (Branson Digital Sonfier 450D), se sometió a ultrasonidos a 50 % de amplitud durante 5 minutos. Se selló el recipiente y se lo agitó y se sometió a ultrasonidos a la emulsión a 50 %
- de amplitud durante otros 5 minutos.
- Se transfirió la miniemulsión a un matraz de base redonda y 3 bocas de 1.000 ml de capacidad equipado con un condensador y un agitador superior y se lo llevó a una temperatura de 80 grados Celsius.
- Una vez que se alcanzó la temperatura conveniente, se añadió la primera parte del sistema de iniciación, 1,68 g de bicarbonato de sodio en 20 ml de agua.
- 25 • Se añadió la segunda parte del sistema de iniciación (1,68 g de persulfato de amonio en 10 ml de agua) en forma de gotas durante un período de 45 minutos.
- Una vez finalizado el agregado, se agitó la mezcla de la reacción durante 90 minutos y con posterioridad se lo dejó enfriar.
- Se comprobó si en el recipiente de la reacción y en el agitador había signos de coagulación y formación de arenilla.
- 30 • Se determinó el contenido final de los sólidos por análisis gravimétrico y se determinó el tamaño de partícula por dispersión dinámica de la luz. (35 % de sólidos con un tamaño de partícula de 165 nm.)

Ejemplo 2 - Adición de una cubierta polimérica "interna" (que presenta una Tg superior a 70 grados Celsius) a la "partícula núcleo" del Ejemplo 1 para formar una "partícula de núcleo-cubierta "; P2

- 35 • Se transfirieron 285 g de dispersión de partícula de polímero preparada mediante el Ejemplo 1 a un matraz de reacción de 3 bocas de 1 l.
- Se añadieron 215 g de agua desmineralizada y se equipó el matraz con un agitador superior y con un condensador.
- Luego, se llevó la emulsión a una temperatura de 80 grados Celsius con agitación a 300 rpm.
- 40 • Se prepararon las soluciones iniciadoras disolviendo 0,225 g de persulfato de amonio en 2 ml de agua y 0,225 g de bicarbonato de sodio en 4 ml de agua y se añadió con una pipeta.
- Se añadieron 15 g de metacrilato de metilo, el monómero de la cubierta, en forma de gotas a través de una bomba de jeringa durante el transcurso de 60 minutos. Después de completado el agregado del monómero, se agitó la reacción durante una hora y media más.
- 45 • Con posterioridad, se añadieron 0,075 g de ácido ascórbico en 2 ml de agua y 0,075 g de t-butilhidroperóxido, y se agitó la reacción durante otros 30 minutos después de los cuales se dejó enfriar la reacción a temperatura ambiente y se la filtró con una gasa sintética BioPrepNylon (50 µm).
- Se comprobó si en el recipiente de la reacción y en el agitador había signos de coagulación y formación de arenilla.
- 50 • Se determinó el contenido final de los sólidos por análisis gravimétrico y se determinó el tamaño de partícula por dispersión dinámica de la luz. (21,6 % de sólidos con un tamaño de partícula de 195 nm.)

Ejemplo 3 - Adición del auxiliar de deposición y de una cubierta externa a la "partícula núcleo" del Ejemplo 1 (para formar P3) y a la "partícula de núcleo-cubierta " del Ejemplo 2 (para formar P4i)

La partícula P4i está de acuerdo con la invención.

- 55 • Se añadieron 150 g de dispersión de partícula de polímero del Ejemplo 2 u 85,7 g de polímero del Ejemplo 1 y 64,3 g de agua desmineralizada en un matraz de reacción de 3 bocas de 500 ml de capacidad equipado con un agitador superior y con un condensador.
- Se disolvió 0,5 g de polisacárido (por ejemplo, goma de algarrobo) en 49,5 ml de agua hirviendo utilizando un

homogenizador IKA modelo T25 a 12.000 rpm durante 2 minutos.

- Se añadieron 32 g de solución de polisacárido al matraz de 500 ml de capacidad y se llevó la emulsión a una temperatura de 75 grados Celsius y se agitó durante 30 minutos a 250 rpm.
- Se disolvió 0,18 g de ácido ascórbico en 2 ml de agua y se añadió con una pipeta y luego, se añadió metilacrilato (1,7 ml) seguido de 30 % de peróxido de hidrógeno (0,45 ml) y se agitó la mezcla durante 2 horas.
- Después, se añadió una solución de peróxido de hidrógeno al 30 % (0,1 ml) y ácido ascórbico (0,04 g) en 0,5 ml de agua y se agitó durante otras dos horas.
- Se dejó enfriar la reacción y se la pasó a una cubeta.
- Se comprobó si en el recipiente de la reacción y en el agitador había signos de coagulación y formación de arenilla.
- Se determinó el contenido final de los sólidos por análisis gravimétrico y se determinó el tamaño de partícula por dispersión dinámica de la luz. (Solo el núcleo del Ejemplo 1 = 19,0 % de sólidos con un tamaño de partícula de 206 nm, núcleo-cubierta del Ejemplo 2 = 19,6 % de sólidos con un tamaño de partícula de 223 nm.)

De esta manera, se prepararon las siguientes partículas que muestra la Tabla 1.

Tabla 1: Composición de las Partículas P3 y P4i

Componente	P3	P4i
Dispersión de partícula de polímero del Ejemplo 1 (P1)	85,7g	-
Dispersión de partícula de polímero del Ejemplo 2 (P2)	-	150 g
agua desmineralizada	64,3 g	-
Solución de goma de algarrobo al 1 %	32 g	32,0 g
metilacrilato	1,62 g	1,62 g
Solución de peróxido de hidrógeno al 30 %	0,55 ml	0,55 ml
ácido ascórbico	0,22 g en 2,5 ml de agua	0,22 g en 2,5 ml de agua

Ejemplo 4 - Deposición de partículas utilizando las Partículas P3 y P4i

Se midió la deposición de las partículas P3 (que no pertenece a la invención) y P4i (de acuerdo con la invención) sobre una tela durante un procedimiento de lavado utilizando el procedimiento detallado a continuación.

Durante el lavado, se midió la deposición de partículas por turbidez de la siguiente manera:

a) Preparación de soluciones madre:

Tensioactivo madre: Se preparó (10 g/l 50:50 LAS:A7) disolviendo alquilbencensulfonato lineal (9,09 g LAS (activo al 55 %) y Synperonic A7 (5 g) en agua desionizada hasta un total de 1 litro.

Tampón base madre: Se preparó (0,1 M) disolviendo carbonato de sodio (7,5465 g) y carbonato de hidrógeno sódico (2,4195 g) en agua desionizada hasta un total de 1 litro.

b) Preparación del licor de lavado:

Se añadieron tampón base madre (10 ml) y tensioactivo madre (10 ml) en un recipiente Linitest de 500 ml de capacidad y 80 ml de agua desionizada para producir un licor de lavado tamponado con un pH de 10,5 que contenía 1 g/l de tensioactivo (50:50 LAS:A7).

c) Simulación de lavado:

Se usó 0,04 g (400 ppm en licor de lavado) de partículas de polímero. Se añadieron las cápsulas a los recipientes Linitest que contenían el licor de lavado y se agitó ligeramente para asegurar que se mezclaran. Se realizaron dos lavados por cada muestra y se hizo un promedio con los resultados. Se tomó una alícuota de 5 ml de cada uno y se registró la absorbancia a 400 nm utilizando una cubeta de 1 cm. Este valor de absorbancia representa el 100 % de las partículas en la solución de lavado antes del procedimiento de lavado simulado.

d) Equipo Linitest y procedimiento:

Se emplearon máquinas de lavado a escala de laboratorio de marca Linitest™ (de Heraeus) con una velocidad de rotación única de 40 rpm. Se colocó una sección de algodón no fluorescente (o poliéster tejido, según sea apropiado) de 20 cm x 20 cm en cada recipiente Linitest que contenía el licor de lavado y partículas de polímero y se selló el recipiente. Luego, se fijaron los recipientes Linitest al soporte del Linitester y se los hizo girar durante 45 minutos a 40 grados Celsius para simular el lavado principal.

Después, se retiraron las prendas, se las estrujó a mano y se tomó una alícuota de 5 ml del licor de lavado resultante y se midió la absorbancia a 400 nm usando una cubeta de 1 cm. Para interpolación de la curva de calibración inicial, podría determinarse la concentración de las partículas que quedaron en el licor después del lavado y por ende, podría determinarse por diferencia, el nivel depositado (deposición de lavado) en la tela. Luego, se enjuagaron bien los recipientes Linitest y se volvieron a colocar las prendas "estrujadas" en los recipientes y se añadieron 125 ml de agua desionizada. Se hizo drenar el agua del baño del Linitester y se fijaron los recipientes al soporte y se los hizo girar durante 10 minutos a temperatura ambiente (~20 grados Celsius) para simular un procedimiento de enjuague. Luego, se retiraron las prendas y se las estrujó a mano. Se tomó una alícuota de 5 ml de la solución de enjuague y se determinó la absorbancia a 400 nm. La interpolación del gráfico de calibración inicial permitió determinar la concentración de partículas eliminadas de las prendas durante el enjuague y, por comparación con el nivel inicial depositado antes del enjuague, pudo determinarse el porcentaje de pérdida de la tela. Se repitió este procedimiento para simular y determinar las pérdidas de los enjuagues posteriores.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Tabla 2: Deposición (%) de las Partículas P3 y P4i sobre la tela durante un procedimiento de lavado.

	P3	P4i
Lavado	47,3 %	95,6 %
Enjuague 1	32,4 %	69,0 %
Enjuague 2	18,8 %	46,0 %

Se observa que se logra una mayor deposición con el agregado de una cubierta interna vítrea antes que la cubierta externa y el auxiliar de deposición. Sorprendentemente, la cubierta interna vítrea resulta clave para la obtención de una alta deposición.

Ejemplo 5 - Partículas P5i, P6i y P11i de acuerdo con la invención, y Partículas Comparativas P7 a P10 y P12, que comprenden cubiertas externas y presentan diversas temperaturas de transición vítrea

Se prepararon las muestras según lo detallado más abajo utilizando el procedimiento mostrado en el Ejemplo 3.

Tabla 3: Composición de las Partículas P5i, P6i y P11i de acuerdo con la invención, y Partículas Comparativas P7-P10 y P12, que comprenden una cubierta externa con un intervalo de temperaturas de transición vítrea

	P5i	P6i	P7	P8	P9	P10	P11i	P12
Dispersión de la partícula de polímero del Ejemplo 2 (P2)	150 g							
Solución de goma de algarrobo al 1 %	32,0 g							
metilacrilato	1,62 g	-	-	-	-	-	-	-
etilacrilato	-	1,62 g	-	-	-	-	-	-
butilacrilato	-	-	1,62 g	-	-	-	-	-
etilhexilacrilato	-	-	-	1,62 g	-	-	-	-
metacrilato de metilo	-	-	-	-	1,62 g	-	-	-
butilmetacrilato	-	-	-	-	-	1,62 g	-	-
vinilacetato	-	-	-	-	-	-	1,62 g	-
estireno	-	-	-	-	-	-	-	1,62 g
Solución de peróxido de hidrógeno al 30 %	0,55 ml							
ácido ascórbico (en 2,5 ml de agua)	0,22 g							
Tg/°C	8	-22	-54	-85	105	20	30	100

Ejemplo 6 - Deposición de estas partículas sobre la tela durante un procedimiento de lavado.

Los polímeros resultantes se sometieron a una prueba de deposición de lavado usando el procedimiento descrito con anterioridad. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

Tabla 4: Deposición (%) de las Partículas P5i-P12 sobre la tela durante un procedimiento de lavado.

	P5i	P6i	P7	P8	P9	P10	P11i	P12
Lavado	95,6	47,8	0	1,6	0	0,9	38,5	2,5
Enjuague 1	69,0	30,2	0	1,3	0	0,8	24,9	1,2
Enjuague 2	46,0	22,6	0	1,2	0	0,7	18,7	0,8

5 Se observará que las partículas de acuerdo con la invención otorgan una deposición significativamente mejorada sobre la tela. El butilmetacrilato, con una solubilidad de solo 3 g/l de agua a condiciones normales de presión y temperatura no da una deposición aceptable, a pesar de su temperatura de transición vítrea.

REIVINDICACIONES

1. Una partícula que comprende:
- 5 a) un núcleo, que comprende un agente de beneficio opcional;
 b) una cubierta interna que rodea al menos parcialmente el núcleo, siendo dicha cubierta interna el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un primer polímero con una temperatura de transición vítrea por encima e incluyendo 70 grados Celsius, preferentemente por encima e incluyendo 80 grados Celsius;
 10 c) una cubierta externa que rodea al menos parcialmente dicho núcleo, siendo dicha cubierta externa el producto insoluble en agua de una reacción de polimerización que forma un segundo polímero con una temperatura de transición vítrea por debajo e incluyendo 35 grados Celsius; en la que el segundo polímero se forma a partir de un monómero que presenta una solubilidad en agua de más de 3 g/l en STP; y
 d) un auxiliar de deposición, unido covalentemente con la cubierta externa.
2. Una partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que al menos uno del primer y el segundo polímeros se forman a partir de monómeros etilénicamente insaturados.
- 15 3. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el primer polímero es un vidrio acrílico, preferentemente poli(metacrilato de metilo).
4. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el segundo polímero presenta una temperatura de transición vítrea de -50 a +25 grados Celsius.
- 20 5. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el segundo polímero es un poli(acrilato C₁-C₄), preferentemente poli(acrilato de metilo).
6. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el segundo polímero se forma a partir de un monómero que tiene una solubilidad en agua por encima e incluyendo 10 g/l en STP.
7. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el auxiliar de deposición es un polisacárido que es sustantivo al menos respecto del algodón.
- 25 8. Una partícula de acuerdo con la reivindicación 7, en la que el auxiliar de deposición se selecciona entre el grupo que consiste en polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano, poligalactomanano, dextrano, hidroxipropil-celulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetil-celulosa, hidroxipropil guar, hidroxietilcelulosa, metil celulosa y mezclas de los mismos.
- 30 9. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la cubierta interna presenta una temperatura de transición vítrea de 80 a 115 grados Celsius, preferentemente de 90 a 110 grados Celsius.
10. Una partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores en la que el núcleo comprende al menos un componente de perfume.
11. Una partícula vehículo de agente de beneficio con núcleo-cubierta que comprende:
- a) un núcleo, que comprende:
- 35 i) un polímero que presenta una temperatura de transición vítrea inferior a 30 grados Celsius, y,
 ii) al menos un componente de perfume
- b) una cubierta interna insoluble en agua de poli(metacrilato C₁-C₄) que rodea al núcleo, en la que dicha cubierta interna presenta una temperatura de transición vítrea superior a los 80 grados Celsius,
 40 c) una cubierta externa insoluble en agua de poli(acrilato C₁-C₄) que rodea al menos parcialmente a dicha cubierta interna, en la que dicha cubierta externa presenta una temperatura de transición vítrea inferior a cero grados Celsius, y
 d) un auxiliar de deposición que es sustantivo respecto del algodón y que está unido a la cubierta externa y no es eliminado ante su exposición al agua, en el que dicho auxiliar de deposición incluye al menos un polisacárido seleccionado entre el grupo que consiste en polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano,
 45 poligalactomanano, dextrano, hidroxipropil-celulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetil-celulosa, hidroxipropil guar, hidroxietilcelulosa o metil celulosa.
12. Un procedimiento de fabricación de un producto que comprende las partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que las partículas y el agente de beneficio se añaden por separado a la formulación.

13. Un procedimiento de tratamiento de un sustrato, preferentemente, en el que el sustrato se selecciona de piel y/o cabello, que incluye la etapa de tratar el sustrato con una composición que comprende partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

5 14. Una composición para el aseo doméstico o personal que comprende al menos una partícula de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, más preferentemente un desodorante, un antitranspirante, un champú, un acondicionador para el cabello o un producto para el cuidado de la piel o para la limpieza de la piel.