

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 671 409**

51 Int. Cl.:

**B01J 13/16** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.01.2015 PCT/EP2015/051329**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.07.2015 WO15110568**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.01.2015 E 15702194 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.03.2018 EP 3099404**

54 Título: **Procedimiento para preparar microcápsulas aminoplásticas**

30 Prioridad:

**27.01.2014 EP 14152610**

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

**06.06.2018**

73 Titular/es:

**FIRMENICH SA (100.0%)  
1, route des Jeunes, P.O. Box 239  
1211 Geneva 8, CH**

72 Inventor/es:

**STRUILLOU, ARNAUD;  
PICHON, NICOLAS y  
BELLOUARD, CLAUDIE**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 671 409 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

Procedimiento para preparar microcápsulas aminoplásticas

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a microcápsulas aminoplásticas de núcleo-cubierta reticuladas con un poliisocianato y que encapsulan un aceite de perfume. Estas cápsulas contienen cantidades muy bajas de resina aminoplástica al tiempo que tienen una carga útil del perfume elevada en el núcleo de la cápsula. Las mismas presentan propiedades mejoradas, en particular, una filtración de perfume reducida en un medio desafiante. El uso de dichas microcápsulas aminoplásticas, en particular, en los productos de consumo ricos en agentes tensioactivos acuosos líquidos como un sistema de suministro del perfume con el efecto de reducir la cantidad de formaldehído libre que se libera hacia el producto de consumo durante el almacenamiento al tiempo que se mejora su rendimiento olfativo, así como los productos de consumo ricos en agentes tensioactivos acuosos líquidos que comprenden dichas cápsulas también son objetos de la invención.

**Antecedentes de la invención**

15 Uno de los problemas enfrentados por la industria de la perfumería radica en la pérdida relativamente rápida del beneficio olfativo proporcionado por los compuestos odoríferos debido a su volatilidad, particularmente, aquella de las "notas superiores". Este problema se aborda generalmente utilizando un sistema de suministro, por ejemplo, cápsulas que contienen un perfume, para liberar la fragancia de una manera controlada. Las microcápsulas aminoplásticas formadas de una resina de melamina-formaldehído se utilizan frecuentemente para encapsular las sustancias activas hidrófobas, protegiendo así las sustancias activas y proporcionando su liberación controlada.

20 Sin embargo, las cápsulas, tales como unas aminoplásticas se ven afectadas por problemas de estabilidad cuando se utilizan en los productos de consumo que comprenden agentes tensioactivos, tales como los productos de consumo de perfumería, especialmente después de un almacenamiento prolongado a temperaturas elevadas. En tales productos, la sustancia activa encapsulada tiende a retirarse por filtración de la cápsula, a pesar de que la pared de la cápsula permanece intacta, por difusión a través de la pared debido a la presencia de agentes tensioactivos que son capaces de solubilizar la sustancia activa encapsulada en la base del producto. El fenómeno de filtración reduce la eficacia de las cápsulas para la protección de la sustancia activa y la provisión de su liberación controlada. Esto es desventajoso especialmente cuando la sustancia activa es un ingrediente volátil, tal como un perfume.

30 Se han desarrollado diversas tecnologías para mejorar la estabilidad de las cápsulas aminoplásticas, es decir, reduciendo la filtración de perfume en los productos de consumo de perfumería. En el documento EP1767185, la composición del material encapsulado está diseñada específicamente para evitar la filtración. Otro enfoque descrito en la técnica anterior, por ejemplo, en los documentos US2005/0112152 y US2005/0153135, consiste en diluir adicionalmente el aceite de perfume en una cantidad igual de un disolvente muy hidrófobo con un  $\log P > 5,5$  para reducir la filtración de perfume. Sin embargo, esto reduce drásticamente la carga útil del aceite de perfume puro en la cápsula. El documento US2006/0248665 también resuelve la reducción de la velocidad de filtración del perfume catalizando las reacciones de reticulación de curado en la pared mediante ácido, sal metálica o catálisis a temperatura elevada.

De manera alternativa, algunos documentos de la técnica anterior, tales como el documento WO2004/016234 desvelan un recubrimiento de las cápsulas con una capa o cubierta adicional (dos sistemas de cubierta).

40 Cualesquiera soluciones que hayan sido propuestas para resolver el problema de la filtración del perfume, todas estas técnicas anteriores tienen en común el hecho de que la relación entre la cantidad de la resina aminoplástica (melamina-formaldehído) utilizada para fabricar la pared de la cápsula con respecto a la cantidad del aceite de perfume encapsulado en el núcleo hidrófobo de la cápsula es relativamente elevada, como es bien conocido hasta nuestros días por aquellos expertos en la materia que cuanta más resina de melamina-formaldehído se utilice para fabricar las paredes de la cápsula, mejor será la estabilidad en el almacenamiento de las cápsulas y, por lo tanto, menor será la filtración de perfume en productos de consumo ricos en agentes tensioactivos acuosos semejantes a suavizantes de tejidos, detergentes líquidos, champú, acondicionadores para el cabello o, aún, geles para ducha. La relación de la resina de melamina-formaldehído pura utilizada para fabricar la pared con respecto a la carga útil del aceite de perfume de las cápsulas típicamente varía entre 0,12 y 0,20, tal como se ejemplifica en las diversas solicitudes de patente mencionadas anteriormente.

50 Sin embargo, aunque el uso de una gran cantidad de resina aminoplástica siempre se ha descrito que ayuda a la estabilización de la cápsula y que reduce la filtración de perfume (haciendo la pared más gruesa), también tiene un efecto negativo sobre el rendimiento olfativo de la cápsula, haciéndola más difícil de romper para liberar su carga útil del perfume, reduciendo así el beneficio de consumo final.

55 Más recientemente, se ha descrito en el documento WO2008/098387A1 que el uso de polioles aromáticos semejantes al resorcinol en la fase acuosa para reticular la pared de melamina-formaldehído podría estabilizarla y reducir la filtración de perfume durante el almacenamiento. Sin embargo, la técnica anterior todavía enseña que

cuanto más baja sea la relación de resina de melamina-formaldehído utilizada con respecto al aceite de perfume, mayor será la filtración de perfume durante el almacenamiento en el suavizante de tejidos. En particular, incluso para las cápsulas más estables descritas con resorcinol, la reducción de la relación desde 0,15 hasta 0,09 conduce a cerca de duplicar la filtración de perfume durante el almacenamiento, limitando así la expectativa de un beneficio cuando se reduce adicionalmente la relación de la resina de melamina-formaldehído con respecto al aceite de perfume. El documento WO2013/092375 A1 del solicitante describe otra manera de lograr algunos de estos objetivos estabilizando las microcápsulas aminoplásticas con un reticulador de poliisocianato predisoluelto en una cantidad pequeña en el núcleo del aceite de perfume antes de la encapsulación.

A pesar de estas enseñanzas, todavía existe la necesidad de mejorar los sistemas de suministro del perfume basados en una sustancia aminoplástica. En particular, podría resultar ventajoso encontrar una cápsula que encapsule un aceite de perfume que pudiera combinar una buena estabilidad en el almacenamiento de las cápsulas con una filtración de perfume reducida en los productos de consumo ricos en agentes tensioactivos acuosos junto con un rendimiento olfativo/facilidad de rotura mejorados durante la manipulación suave y cuando se frota. Este rendimiento olfativo se traduce en la intensidad del perfume percibida, por ejemplo, sobre tejidos secos.

### **Sumario de la invención**

La presente invención lleva una solución a los problemas mencionados anteriormente y proporciona ventajas adicionales a través de una cápsula fabricada con cantidades muy bajas de resina aminoplástica para hacer su pared más delgada y con cargas útiles del perfume elevadas, al tiempo que proporciona un equilibrio correcto entre la estabilidad y el rendimiento olfativo. Un primer objeto de la invención consiste en una microcápsula de núcleo-cubierta aminoplástica, de una cubierta, que se puede obtener mediante un procedimiento que comprende las etapas de:

- 1) mezclar un aceite de perfume con al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato para formar una fase oleosa;
- 2) dispersar o disolver en agua una resina aminoplástica y, opcionalmente, un estabilizante para formar una fase acuosa;
- 3) añadir la fase oleosa a la fase acuosa para formar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño de la gota promedio está comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ ;
- 4) llevar a cabo una etapa de curado para formar al menos una microcápsula en la forma de una dispersión líquida; y
- 5) secar, opcionalmente, la dispersión líquida para obtener al menos una microcápsula de núcleo-cubierta seca;

en el que se añade la resina aminoplástica en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09.

Una composición perfumante que contiene

- (i) microcápsulas, tal como se han definido anteriormente;
- (ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de perfumería y un coingrediente de perfumería y mezclas de los mismos; y
- (iii) opcionalmente, al menos un adyuvante de perfumería,

es un segundo objeto de la invención.

En un tercer aspecto, la invención se refiere a un producto de consumo perfumado líquido que comprende:

- a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo;
- b) agua y/o disolventes miscibles en agua; y
- c) las microcápsulas definidas anteriormente.

En un cuarto aspecto, la invención se refiere a un producto de consumo perfumado en polvo que comprende:

- a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo; y
- b) las microcápsulas definidas anteriormente.

El uso de las cápsulas definidas anteriormente en productos de consumo ricos en agentes tensioactivos como un sistema de suministro del perfume también es parte de la invención.

### **Breve descripción de las figuras**

La **Figura 1** representa el porcentaje del perfume que se retira por filtración de las cápsulas hacia una base del suavizante después de 2 semanas de almacenamiento de los suavizantes a ya sea 37 °C o 43 °C, como una función de la relación de la resina aminoplástica con respecto al aceite de perfume.

La **Figura 2** representa el porcentaje del perfume que se retira por filtración de las cápsulas hacia una base del

suavizante después de 4 semanas de almacenamiento de los suavizantes a ya sea 37 °C o 43 °C, como una función de la relación de la resina aminoplástica con respecto al aceite de perfume.

La **Figura 3** representa la intensidad del perfume desde las cápsulas antes y después del frotamiento, como una función de la relación de la resina aminoplástica con respecto al aceite de perfume, para los suavizantes fabricados recientemente.

La **Figura 4** representa la intensidad del perfume desde las cápsulas antes y después del frotamiento, como una función de la relación de la resina aminoplástica con respecto al aceite de perfume, después de un almacenamiento en un suavizante durante 4 semanas a 37 °C.

La **Figura 5** representa la intensidad del perfume desde las cápsulas antes y después del frotamiento, como una función de la relación de la resina aminoplástica con respecto al aceite de perfume, después de un almacenamiento en un suavizante durante 4 semanas a 43 °C.

### **Descripción detallada de la invención**

A menos que se especifique de otra manera, el % se entiende que designa el porcentaje en peso de una composición.

Se ha encontrado ahora que, inesperadamente, aunque se mantenga la cantidad de poliisocianato constante, tal como se describe en el documento WO2013/092375A1, la cantidad de resina aminoplástica necesaria para fabricar la pared de una microcápsula aminoplástica que encapsula un aceite de perfume podría ser reducida drásticamente, al tiempo que no solamente se mantiene la estabilidad en el almacenamiento de la cápsula, sino que, de hecho, se mejora significativamente y al mismo tiempo se mejora significativamente el rendimiento olfativo, es decir, la facilidad de rotura de las cápsulas, tal como se muestra mediante la intensidad del perfume más elevada sobre los tejidos secos durante la manipulación muy suave y después del frotamiento. Otro beneficio inesperado de la invención es que cuando se reduce la cantidad de resina aminoplástica utilizada para fabricar la pared, la cantidad de formaldehído libre que se libera desde la pared hacia el producto de un artículo de consumo se reduce en un factor mucho más grande que el factor de reducción de la resina aminoplástica en la pared.

Por lo tanto, un primer objeto de la invención es una microcápsula de núcleo-cubierta aminoplástica de una cubierta, que se puede obtener mediante un procedimiento que comprende las etapas de:

- 1) mezclar un aceite de perfume con al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato para formar una fase oleosa;
- 2) dispersar o disolver en agua una resina aminoplástica y, opcionalmente, un estabilizante para formar una fase acuosa;
- 3) añadir la fase oleosa a la fase acuosa para formar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño de gota promedio está comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ ;
- 4) llevar a cabo una etapa de curado para formar al menos una microcápsula en la forma de una dispersión líquida; y
- 5) secar, opcionalmente, la dispersión líquida para obtener al menos una microcápsula de núcleo-cubierta seca;

en el que se añade la resina aminoplástica en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09.

Ahora, contrario a todas las enseñanzas en esta área técnica hasta nuestros días, se ha encontrado inesperadamente que el uso de incluso cantidades muy pequeñas de resina aminoplástica combinado con poliisocianato es claramente beneficioso para lograr una buena estabilidad y un rendimiento olfativo mejorado del sistema de suministro. Se ha encontrado, en particular, que cuando se añade la resina aminoplástica en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09, preferentemente entre 0,003 y 0,06, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,04, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,009, se podrían obtener cápsulas con propiedades mejoradas.

Por razones de claridad, por la expresión “una cubierta” o “una pared” se entiende en el presente documento que las microcápsulas tienen una pared que no está recubierta, ni interna ni externamente, por un material diferente o un polímero que forma una película. En cualquier caso, las cápsulas de la invención están desprovistas de polisiloxano y/o PVP (polivinil pirrolidona) y sus copolímeros. Dichas microcápsulas pueden tener un material depositado sobre su superficie, tal como estabilizantes coloidales o un polímero catiónico, pero en una cantidad, en cualquier caso, insuficiente para formar una fase, película, pared, recubrimiento continuos fabricados de otro polímero o resina.

Por razones de claridad, por la expresión “microcápsula de núcleo-cubierta”, o similares, en la presente invención se entiende que la cápsula tiene un tamaño en el intervalo de micrones (por ejemplo, un diámetro promedio comprendido entre aproximadamente 1 y 100  $\mu\text{m}$ ) y comprende una cubierta o pared a base de oligómeros sólidos externos y una fase oleosa continua interna encerrada por la cubierta externa. En otras palabras, los materiales coacervados o extruidos semejantes a cuerpos (es decir, las fases sólidas porosas que contienen gotas de un líquido) no son parte de la invención. Según una realización de la invención, el tamaño de las microcápsulas correspondientes al tamaño de gota en la Etapa 3) está comprendido entre aproximadamente 5 y 50  $\mu\text{m}$ , o incluso entre aproximadamente 5 y 25  $\mu\text{m}$ .

Por razones de claridad, por la expresión “dispersión” en la presente invención se entiende un sistema en el que las partículas están dispersas en una fase continua de una composición diferente y, específicamente, incluye una suspensión o una emulsión.

5 Por “aceite de perfume” también denominado “perfume” se entiende en el presente documento un ingrediente o una composición que es un líquido a aproximadamente 20 °C. Según una cualquiera de las realizaciones anteriores, dicho aceite de perfume en el que se disuelve al menos un poliisocianato en la Etapa 1) puede ser un solo ingrediente perfumante o una mezcla de ingredientes. Como un “ingrediente perfumante” se entiende en el presente documento un compuesto, que se utiliza en las preparaciones o composiciones perfumantes para conferir un efecto hedónico. En otras palabras, tal ingrediente, considerado como que es uno perfumante, debe ser reconocido por una  
10 persona experta en la materia porque es capaz de conferir o modificar, de una manera positiva o agradable, el olor de una composición, y no solamente porque tiene un olor. Para el fin de la presente invención, los ingredientes que contrarrestan el mal olor también están abarcados por la definición de “ingrediente perfumante”.

La naturaleza y el tipo del(de los) ingrediente(s) perfumante(s) presente(s) en el aceite de perfume no garantizan en el presente documento una descripción más detallada, que, en cualquier caso, podría no ser exhaustiva, siendo la  
15 persona experta capaz de seleccionarlos basándose en su conocimiento general y según el uso o aplicación previstos y el efecto organoléptico deseado. En términos generales, estos ingredientes perfumantes pertenecen a clases químicas tan variadas como alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, nitrilos, terpenoides, compuestos heterocíclicos nitrogenosos o sulfurados y aceites esenciales, y dichos ingredientes perfumantes pueden ser de origen natural o sintético. Muchos de estos ingredientes están, en cualquier caso, enumerados en  
20 textos de referencia, tales como el libro de S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU., o sus versiones más recientes, o en otros trabajos de naturaleza similar, así como en la literatura de patente abundante en el campo de la perfumería. También se entiende que dichos ingredientes pueden ser también compuestos conocidos para liberar de una manera controlada diversos tipos de compuestos perfumantes.

El(los) ingrediente(s) perfumante(s) que va(n) a ser encapsulado(s) se puede(n) disolver en un disolvente de uso común en la industria del perfume. Por consiguiente, el núcleo de la cápsula podría ser de los ingredientes perfumantes puros o una mezcla de ingredientes perfumantes en un disolvente hidrófobo adecuado. El disolvente preferentemente no es un alcohol. Los ejemplos de tales disolventes son el ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, Abalyn® (resinas de colofonia, disponibles a través de Eastman), benzoato de bencilo, citrato de etilo e isoparafinas. Preferentemente, el aceite de perfume comprende menos del 20 % y más preferentemente menos del 10 % de disolvente, estando definidos todos estos porcentajes en peso con respecto al peso total del perfume. Lo más preferentemente, el perfume está esencialmente libre de disolvente.  
25

Según una realización particular de la invención, el perfume contiene menos del 10 % de su propio peso de alcoholes primarios, menos del 15 % de su propio peso de alcoholes secundarios y menos del 20 % de su propio peso de alcoholes terciarios. Preferentemente, el perfume no contiene ningunos alcoholes primarios y contiene  
35 menos del 15 % de alcoholes secundarios y terciarios. Tales cantidades limitadas de alcoholes tienen la ventaja de reducir la cantidad de grupos funcionales de isocianato que reaccionan con el perfume.

Según una cualquiera de las realizaciones de la invención, el aceite de perfume representa entre aproximadamente el 10 % y el 60 % p/p, o incluso entre el 20 % y el 45 % p/p, en peso, con respecto al peso total de la dispersión obtenida después de la Etapa 3).

40 Según una realización particular, la fase oleosa consiste esencialmente en el aceite de perfume y el al menos un poliisocianato.

La fase oleosa formada en la Etapa 1) comprende al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato.

Dicho poliisocianato puede comprender hasta 6, o incluso solamente 4 grupos funcionales de isocianato. Según  
45 cualquiera de las realizaciones anteriores, dicho poliisocianato contiene al menos tres grupos funcionales de isocianato. Dependiendo de los números de grupos funcionales, se logra la reacción óptima del poliisocianato con la resina aminoplástica, conduciendo a un mayor número de grupos de isocianato por compuesto de poliisocianato a una reticulación aumentada.

Se prefieren los poliisocianatos de baja volatilidad debido a su baja toxicidad.

50 El al menos un poliisocianato puede ser alifático, aromático o una mezcla de poliisocianatos tanto aromáticos como alifáticos. En el caso de las mezclas de poliisocianatos, cada elemento de la mezcla tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato.

Según una realización, el al menos un poliisocianato es un poliisocianato aromático.

55 El término “poliisocianato aromático” se entiende en el presente documento como que abarca cualquier poliisocianato que comprende un resto aromático. Preferentemente, el mismo comprende un resto de fenilo, de toluilo, de xililo, de naftilo o de difenilo, más preferentemente un resto de toluilo o xililo. Los poliisocianatos

aromáticos preferidos son biurets y poliisocianuratos, que comprenden más preferentemente uno de los restos aromáticos específicos citados anteriormente. Más preferentemente, el poliisocianato aromático es un poliisocianurato de diisocianato de tolueno (disponible en el mercado a través de Bayer con el nombre comercial Desmodur® RC), un aducto de trimetilol propano de diisocianato de tolueno (disponible en el mercado a través de Bayer con el nombre comercial Desmodur® L75), un aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno (disponible en el mercado a través de Mitsui Chemicals con el nombre comercial Takenate® D-110N). En la realización más preferida, el poliisocianato aromático es un aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno.

Según otra realización, dicho poliisocianato es un poliisocianato alifático.

El término "poliisocianato alifático" se define como un poliisocianato que no comprende ningún resto aromático. Los poliisocianatos alifáticos preferidos son un trímero de diisocianato de hexametileno, un trímero de diisocianato de isoforona, un aducto de trimetilol propano de diisocianato de hexametileno (disponible a través de Mitsui Chemicals) o un biuret de diisocianato de hexametileno (disponible en el mercado a través de Bayer con el nombre comercial Desmodur® N 100), entre los que se prefiere incluso más un biuret de diisocianato de hexametileno.

Según otra realización, dicho al menos un poliisocianato está en la forma de una mezcla de al menos un poliisocianato alifático y de al menos un poliisocianato aromático, comprendiendo ambos al menos dos o tres grupos funcionales de isocianato, tales como una mezcla de un biuret de diisocianato de hexametileno con un aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno, una mezcla de un biuret de diisocianato de hexametileno con un poliisocianurato de diisocianato de tolueno y una mezcla de un biuret de diisocianato de hexametileno con un aducto de trimetilol propano de diisocianato de tolueno. Lo más preferentemente, la misma es una mezcla de un biuret de diisocianato de hexametileno con un aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno.

En una realización preferida, el al menos un poliisocianato alifático y el al menos un poliisocianato aromático se utilizan en una relación molar respectiva comprendida entre 80:20 y 10:90, preferentemente entre 75:25 y 20:80, más preferentemente entre 60:40 y 20:80, incluso más preferentemente entre 60:40 y 30:70, lo más preferentemente entre 45:55 y 30:70.

Según cualquiera de las realizaciones anteriores, se añade el al menos un poliisocianato preferentemente en una cantidad tal que la relación p/p del poliisocianato con respecto al aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,1, preferentemente entre 0,003 y 0,06, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,04.

En la Etapa 2), la formación de la fase acuosa requiere una resina aminoplástica utilizada en una cantidad tal que la relación de la resina pura utilizada para crear la pared de la cápsula con respecto a la cantidad de núcleo del aceite de perfume encapsulado sea muy baja. Tales resinas aminoplásticas son los productos de la reacción de la policondensación de una o más aminas con uno o más aldehídos, preferentemente formaldehído. Los ejemplos de aminas adecuadas incluyen urea, melamina y sus derivados. Preferentemente, la resina aminoplástica se selecciona de los condensados de melamina-formaldehído y urea-formaldehído y lo más preferentemente de los condensados de melamina-formaldehído. Tales condensados de melamina-formaldehído y urea-formaldehído son bien conocidos por la persona experta en la materia de encapsulación y se describen con detalle en la literatura disponible abundante que desvela tales condensados. Los diversos materiales y etapas del procedimiento son adecuados para la formación de tales condensados. Los procedimientos adecuados para formar las resinas aminoplásticas se describen, por ejemplo, con detalle en Dietrich K., Bonatz E., Nastke H., Herma H., Walter M. y Teige W.; Acta Polymerica 41 (1990), págs. 91-95, in Bonatz E., Dietrich K., Herma, H., Walter M. y Teige W.; Acta polymerica 40 (1989), págs. 683-690, en Dietrich K., Bonatz E., Geistlinger H., Herma H., Nastke R., Purz H.-J., Schlawne M. y Teige W.; Acta Polymerica 40 (1989), págs. 325-331, en Dietrich K., Herma H., Nastke R., Bonatz E. y Teige W.; Acta Polymerica 40 (1989), págs. 243-251, en Lee H. Y., Lee S. J., Cheong I. W. y Kim J. H.; J. Microencapsulation 19 (2002), págs. 559-569. Por lo tanto, tales polímeros de encapsulación no garantizan en el presente documento una descripción detallada, que podría, en cualquier caso, no ser exhaustiva.

Se añade la resina aminoplástica pura en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09, preferentemente entre 0,003 y 0,06, más preferentemente entre 0,005 y 0,04, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,009.

La fase acuosa, opcionalmente, comprende un estabilizante. Típicamente, la dispersión comprende entre aproximadamente el 0 % y el 5 % p/p de al menos un estabilizante, expresándose el porcentaje sobre una base p/p con respecto al peso total de la dispersión, tal como se obtuvo después de la Etapa 3). Todavía en otro aspecto de la invención, la dispersión comprende entre aproximadamente el 0 % y el 2 % p/p de al menos un estabilizante. Todavía en otro aspecto de la invención, la dispersión comprende entre aproximadamente el 0 % y el 1 % p/p de al menos un estabilizante.

Por razones de claridad, en el presente contexto, por la expresión "estabilizante", o similares, se entiende el significado normal entendido por una persona experta en la materia, es decir, un compuesto que es capaz, o se añade para estabilizar el sistema, por ejemplo, para prevenir la adición o aglomeración de las microcápsulas, por ejemplo, en la aplicación o durante su preparación. El uso de dicho estabilizante es de conocimiento estándar por la persona experta en la materia.

Para el fin de la presente invención, el estabilizante puede ser un agente tensioactivo iónico o no iónico o un estabilizante coloidal. La naturaleza exacta de tales estabilizantes es bien conocida por una persona experta en la materia. Como ejemplos no limitantes, se pueden citar los siguientes estabilizantes: polímeros no iónicos, tales como derivados de la celulosa, tales como celulosa de hidroxietilo, óxido de polietileno, copolímeros de óxido de polietileno y óxido de polietileno o polipropileno, copolímeros de acrilatos de alquilo y de N-vinilpirrolidona; polímeros iónicos, tales como copolímeros de acrilamida y ácido acrílico (tales como Alcapsol® 144 a través de Ciba), por ejemplo, copolímeros de ácido/acrilamida producidos a partir de una mezcla de monómeros de acrilamida y ácido acrílico en la que el contenido de ácido acrílico está en el intervalo del 30 al 70 %, el agente tensioactivo aniónico ácido (tal como dodecil sulfato de sodio), copolímeros acrílicos que llevan un grupo sulfonato (tales como poli(estireno sulfonato) de sodio, y copolímeros de éteres de vinilo y anhídrido maleico.

Según una cualquiera de las realizaciones anteriores de la presente invención, dicho estabilizante es un agente tensioactivo iónico, tal como un copolímero de acrilamida y ácido acrílico.

La Etapa 3) es una etapa de mezclado, que es bien conocida y una persona experta en la materia sabe cómo funciona. Sin embargo, vale la pena mencionar que, según una realización particular, en dicha etapa el pH de la fase acuosa se puede ajustar típicamente entre aproximadamente 4 y 7, preferentemente entre 4.5 y 6.

En la Etapa 4) se forman las microcápsulas de la invención. Los medios para llevar a cabo tal etapa también son bien conocidos y una persona experta en la materia sabe cómo funcionan. El documento US 4.353.809 desvela un procedimiento que se puede aplicar en la presente invención. A modo de ejemplo no limitante, se puede llevar a cabo el curado calentando la dispersión desde aproximadamente 60° hasta 95 °C, hasta la finalización de la formación de la pared o todavía calentando la dispersión hasta 130 °C bajo presión. Después, la Etapa 4) se finaliza mediante el enfriamiento de la dispersión obtenida a temperatura ambiente. El producto resultante obtenido después de la Etapa 4) es una dispersión líquida también denominada "suspensión".

Según una realización particular de la invención, al final de la Etapa 4) también se pueden añadir algunos polímeros catiónicos a la suspensión de la invención. Los polímeros catiónicos son bien conocidos por una persona experta en la materia, por ejemplo, tal como se describen en el documento WO2008/098387 página 5, líneas 10 a 30.

Los polímeros catiónicos preferidos tendrán densidades de carga catiónica de al menos 0,5 meq/g, más preferentemente al menos aproximadamente 1,5 meq/g, pero también preferentemente de menos de aproximadamente 7 meq/g, más preferentemente de menos de aproximadamente 6,2 meq/g. La densidad de carga catiónica de los polímeros catiónicos se puede determinar mediante el procedimiento Kjeldahl, tal como se describe en la Farmacopea de los Estados Unidos de América bajo ensayos químicos para la determinación del nitrógeno.

Los polímeros catiónicos preferidos son seleccionados de aquellos que contienen unidades que comprenden grupos de amina primaria, secundaria, terciaria y/o cuaternaria que pueden ya sea formar parte de la cadena polimérica principal o pueden ser llevados por un sustituyente lateral conectado directamente al mismo. El peso molecular promedio en peso (Mw) del polímero catiónico está preferentemente entre 10.000 y 2 M Dalton, más preferentemente entre 50.000 y 1,5 M Dalton. Como ejemplos específicos, se pueden citar Salcare® SC60 (copolímero catiónico de cloruro de acrilamidopropiltrimonio y acrilamida, origen: BASF) o Luviquat®, tales como PQ 11N, FC 550 o Supreme (copolímeros de policuaternio-11 a 68 o cuaternizados de vinilpirrolidona origen: BASF), o también Jaguar® (C13S o C17, origen Rhodia).

Según una cualquiera de las realizaciones anteriores de la invención, se añade una cantidad de polímeros catiónicos comprendida entre aproximadamente el 0 % y el 5 % p/p, o incluso entre aproximadamente el 0,1 % y el 2 % p/p, expresándose el porcentaje sobre una base p/p con respecto al peso total de la suspensión, tal como se obtuvo después de la Etapa 4). Se entiende claramente por una persona experta en la materia que solamente parte de dichos polímeros catiónicos añadidos se incorporará en/depositará sobre la cubierta de la microcápsula.

Según una realización particular de la invención, al final de la Etapa 4) se pueden añadir, opcionalmente, a la suspensión, justo antes o después del enfriamiento a temperatura ambiente, los compuestos que se sabe que son depuradores de los aldehídos libres de residuos, tales como formaldehído. Tales compuestos son bien conocidos en la técnica y pueden ser, por ejemplo, urea o etileno urea.

Dicha suspensión acuosa obtenida al final de la Etapa 4) se puede utilizar directamente como un ingrediente perfumante, en particular, para las aplicaciones que son de base acuosa, por ejemplo, un suavizante o un jabón líquido. Por lo tanto, otro objeto de la presente invención es una suspensión acuosa que comprende las microcápsulas de la invención, por ejemplo, una suspensión obtenida directamente a partir del procedimiento de preparación de las microcápsulas. Dicha suspensión puede comprender además algunos adyuvantes de formulación, tales como un estabilizante o agentes de control de la viscosidad, o incluso biocidas o bactericidas.

De manera alternativa, en la Etapa 5) opcional, la suspensión obtenida mediante el procedimiento descrito anteriormente se puede someter a un secado, semejante al secado por pulverización, para proporcionar las microcápsulas como tales, es decir, en una forma en polvo. Se entiende que cualquier procedimiento estándar conocido por una persona experta en la materia para llevar a cabo tal secado también es aplicable. En particular, la suspensión se puede secar por pulverización preferentemente en presencia de un material de vehículo polimérico,

tal como acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, dextrinas, almidón natural o modificado, gomas vegetales, pectinas, xantanos, alginatos, carragenanos o derivados de la celulosa para proporcionar las microcápsulas en una forma en polvo.

5 Una microcápsula de núcleo-cubierta aminoplástica de una cubierta, tal como se ha descrito anteriormente, con un tamaño comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$  que comprende

- un núcleo que comprende un aceite de perfume;
- una cubierta fabricada a partir de una resina aminoplástica reticulada con un poliisocianato;

10 caracterizada porque la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la cápsula está comprendida entre 0,001 y 0,09, preferentemente entre 0,003 y 0,06, más preferentemente entre 0,005 y 0,04, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,009 es un objeto adicional de la invención.

Un objeto adicional de la invención consiste en un procedimiento para la preparación de la microcápsula aminoplástica que comprende las etapas de:

- 15 1) mezclar un aceite de perfume con al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato para formar una fase oleosa;
- 2) dispersar o disolver en agua una resina aminoplástica y, opcionalmente, un estabilizante para formar una fase acuosa;
- 3) preparar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño de gota promedio está comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ , mezclando la fase oleosa y la fase acuosa;
- 20 4) llevar a cabo una etapa de curado para formar microcápsulas en la forma de una dispersión líquida; y
- 5) secar, opcionalmente, la dispersión líquida para obtener microcápsulas de núcleo-cubierta secas; caracterizado porque se añade la resina aminoplástica en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09.

Otro objeto de la presente invención es una composición perfumante que comprende:

- 25 (i) microcápsulas, tal como se han definido anteriormente;
- (ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de perfumería y un coingrediente de perfumería y mezclas de los mismos; y
- (iii) opcionalmente, al menos un adyuvante de perfumería.

30 Como vehículo de perfumería se pueden citar, como ejemplos no limitantes, un sistema emulsionante, es decir, un disolvente y un sistema tensioactivo, o un disolvente utilizado comúnmente en perfumería. Una descripción detallada de la naturaleza y tipo de los disolventes utilizados comúnmente en la perfumería puede no ser exhaustiva. Sin embargo, se pueden citar como ejemplos no limitantes disolventes, tales como dipropilenglicol, ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, benzoato de bencilo, 2-(2-etoxietoxi)-1-etanol o citrato de etilo, que comúnmente son los más utilizados. Para las composiciones que comprenden tanto un vehículo de perfumería como una base de perfumería, otros vehículos de perfumería adecuados diferentes de aquellos especificados anteriormente también pueden ser 35 etanol, mezclas de agua/etanol, isoparafinas, tales como aquellas conocidas con el nombre comercial Isopar® (origen: Exxon Chemical) o éteres de glicol y ésteres de éteres de glicol, tales como aquellos conocidos con el nombre comercial Dowanol® (origen: Dow Chemical Company).

40 Un coingrediente perfumante no es una microcápsula, tal como se ha definido anteriormente. Además, por "coingrediente perfumante" se entiende en el presente documento un compuesto, que se utiliza en una preparación o una composición perfumante para conferir un efecto hedónico. En otras palabras, tal coingrediente, considerado como que es uno perfumante, debe ser reconocido por una persona experta en la materia porque es capaz de conferir o modificar de una manera positiva o agradable el olor de una composición, y no solamente porque tiene un olor.

45 La naturaleza y tipo de los coingredientes perfumantes presentes no garantizan en el presente documento una descripción más detallada, que, en cualquier caso, podría no ser exhaustiva, siendo la persona experta capaz de seleccionarlos basándose en su conocimiento general y según el uso o aplicación previstos y el efecto organoléptico deseado. En términos generales, estos coingredientes perfumantes pertenecen a clases químicas tan variadas como alcoholes, lactonas, aldehidos, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, nitrilos, terpenoides, compuestos heterocíclicos nitrogenosos o sulfurosos y aceites esenciales, y dichos coingredientes perfumantes pueden ser de origen natural o 50 sintético. Muchos de estos coingredientes están, en cualquier caso, enumerados en textos de referencia, tales como el libro de S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU., o sus versiones más recientes, o en otros trabajos de naturaleza semejante, así como en la literatura de patente abundante en el campo de la perfumería. También se entiende que los coingredientes pueden ser también compuestos conocidos para liberar de una manera controlada diversos tipos de compuestos perfumantes.

55 Por "adyuvante de perfumería" se entiende en el presente documento un ingrediente capaz de conferir un beneficio añadido adicional, tal como un color, una resistencia contra la luz particular, estabilidad química, etc. Una descripción detallada de la naturaleza y tipo del adyuvante comúnmente utilizado en las bases perfumantes puede

no ser exhaustiva, pero se tiene que mencionar que dichos ingredientes son bien conocidos por una persona experta en la materia.

Preferentemente, la composición perfumante según la invención comprende entre el 0,1 y el 30 % en peso de microcápsulas, tal como se ha definido anteriormente.

- 5 Las microcápsulas de la invención presentan la ventaja de tener el equilibrio correcto entre la estabilidad en términos de la filtración de perfume cuando se utiliza en un medio desafiante como un producto de consumo basado en un agente tensioactivo y el rendimiento del olor, es decir, la intensidad después de frotar la cápsula. El uso de las cápsulas definidas anteriormente como un sistema de suministro del perfume en un producto de consumo rico en agentes tensioactivos es, por lo tanto, otro objeto de la invención. La filtración reducida conduce a un rendimiento de olor mejorado. Además, e inesperadamente, cuando se utiliza en tal producto de consumo, las cápsulas han demostrado liberar una cantidad limitada de formaldehído libre.

La presente invención se refiere también a un producto de consumo perfumado líquido que comprende

- 15 a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo;  
 b) agua y/o disolventes orgánicos hidrófilos miscibles en agua; y  
 c) las microcápsulas aminoplásticas anteriores.

20 Los disolventes orgánicos hidrófilos, miscibles en agua, típicos, incluyen un copolímero de polioxietileno-polioxiopropileno no iónico (tal como se describe en el documento US 3.169.930 o el documento GB 1455283 concedido a Witoc Chemical Corp), un polietilenglicol de peso molecular bajo (tal como se describe en el documento US 4.929.380 concedido a Henkel), un éter de glicol, una molécula basada en etanolamina o un alcohol o amina de bajo peso molecular.

Un producto de consumo perfumado en polvo que comprende

- 25 a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo; y  
 b) al menos una microcápsula, tal como se ha definido anteriormente, también es parte de la invención.

Un producto de consumo perfumado según la invención presenta la ventaja de que las cápsulas utilizadas en el mismo tienen una buena estabilidad, es decir, una filtración de perfume reducida combinado con un buen rendimiento de olor, tal como se ilustra en los ejemplos de más adelante.

30 Las microcápsulas obtenidas después de la Etapa 5), o la suspensión obtenida después de la Etapa 4) se pueden incorporar, por ejemplo, en el producto de consumo en una cantidad desde el 0,01 hasta el 10 % p/p, más preferentemente desde el 0,05 hasta el 2 % p/p, lo más preferentemente desde el 0,1 hasta el 1 % p/p, definiéndose estos porcentajes en peso con respecto al peso total del producto de consumo. Por supuesto, las concentraciones anteriores se pueden adaptar según el efecto olfativo deseado en cada producto.

35 El producto de consumo puede estar en la forma de un producto para el cuidado doméstico o personal (líquido o en polvo) o en la forma de un producto de fragancia fina acuoso. Los ejemplos de los productos para el cuidado personal incluyen un champú, un acondicionador para el cabello, con enjuague o sin enjuague, una solución para el lavado del cuerpo, tal como para la ducha o el baño, aceite de gel o una espuma, un producto higiénico, una solución de pulverización para el cuerpo o cabello, una preparación cosmética, una loción para el cuerpo, un desodorante o un antitranspirante, tal como un desodorante o antitranspirante de bolita giratoria. Los ejemplos de productos de fragancias finas acuosos incluyen un perfume, una loción o colonia para después de afeitarse. Los ejemplos de productos para el cuidado doméstico incluyen un detergente líquido, un limpiador para todos los usos, un suavizante o refrescante de tejidos, agua para la plancha, un detergente en polvo, hojas para la secadora o cápsulas de líquido de monodosis de detergente o suavizante de tejidos. Como detergentes se incluyen en el presente documento productos, tales como composiciones detergentes o productos de limpieza para el lavado o para la limpieza de diversas superficies, por ejemplo, los provistos para el tratamiento de productos textiles o superficies duras (suelos, azulejos, suelos de piedra, etc.). Preferentemente, la superficie es un producto textil.

45 Las formulaciones de las bases de los productos de consumo se pueden encontrar en la literatura abundante con respecto a tales productos. Estas formulaciones no garantizan una descripción detallada en el presente documento, que, en cualquier caso, podría no ser exhaustiva. La persona experta en la materia de la formulación de tales productos de consumo es perfectamente capaz de seleccionar los componentes adecuados sobre la base de su conocimiento general y de la literatura disponible. En particular, los ejemplos de tales formulaciones se pueden encontrar en las patentes y solicitudes de patente con respecto a tales productos, por ejemplo, en WO 2008/016684 (páginas 10 a 14), en US 2007/0202063 (párrafos [0044] a [0099]), en WO 2007/062833 (páginas 26 a 44), en WO 2007/062733 (páginas 22 a 40), en WO 2005/054422 (páginas 4 a 9), en EP 1741775, en GB 2432843, en GB 2432850, en GB 2432851 o en GB 2432852.

La estabilidad deseada se obtiene en los productos de consumo que comprenden diversos tipos de agentes

- tensioactivos, que incluyen agentes tensioactivos catiónicos, aniónicos, no iónicos, zwitteriónicos y semipolares no iónicos, en cantidades que varían hasta el 65 % en peso, más preferentemente entre el 2 y el 50 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo. Para el fin de la presente invención, los agentes tensioactivos están previstos preferentemente como aquellos utilizados comúnmente en los productos de artículos de consumo. Estos son bien conocidos por la persona experta en la materia y no garantizan una descripción más detallada. Los ejemplos no exhaustivos de tales agentes tensioactivos comprenden alquilbenceno sulfonato de sodio, alquil sulfato de sodio, alquil éter sulfato de sodio y sales de ácidos grasos para los agentes tensioactivos aniónicos; alcoholes etoxilados, alquil N-metil glucamida y poliglucósido de alquilo para los agentes tensioactivos no iónicos; sales de amonio cuaternario, tales como cloruro o metilsulfato de alquiltrimetilamonio, di-(sebo-oxi-etil)dimetilamonio, disebodimetil amonio para los agentes tensioactivos catiónicos; alquil betaínas, alquilamido betaínas, óxidos de amina para los agentes tensioactivos anfóteros y zwitteriónicos. Para el fin de la presente invención, los agentes tensioactivos están previstos preferentemente como emulsionantes estabilizantes poliméricos excluyentes, tales como copolímeros acrílicos y goma arábiga, que típicamente se utilizan para estabilizar emulsiones en procedimientos de encapsulación.
- En una realización preferida de la invención, las cápsulas son estables en el producto de consumo perfumado acuoso líquido de modo que menos del 60 %, preferentemente menos del 40 % de la carga del perfume inicial se retire por filtración de las cápsulas cuando se almacenan en tal producto. El tiempo de almacenamiento y la temperatura a la que preferentemente se alcanza tal estabilidad depende del tipo de producto de consumo. Preferentemente, tales resultados de estabilidad se alcanzan después de 4 semanas de almacenamiento a 37 ° o 43 °C, para productos, tales como detergentes líquidos y suavizantes de tejidos.

A continuación, se describirá la invención adicionalmente por medio de ejemplos. Se apreciará que la invención, tal como se ha reivindicado, no está propuesta para estar limitada de ninguna manera por estos ejemplos.

### **Ejemplos**

- Los siguientes ejemplos son ilustrativos de las realizaciones de la presente invención y no deben ser considerados como limitantes de la invención y demuestran adicionalmente las ventajas de las cápsulas de la invención con respecto a las enseñanzas de la técnica anterior.

#### **Ejemplo 1**

Preparación de las microcápsulas aminoplásticas de control según el documento WO 2013/092375A1

- Las microcápsulas aminoplásticas de control (Cápsulas A y B) según el documento WO 2013/092375A1 se prepararon con los siguientes ingredientes:

Tabla 1: Composición de las Cápsulas A y B de control

	Cápsula A	Cápsula B
	Ejemplo 1 de ref. del documento WO 2013/092375 A1	Cápsula optimizada del Ejemplo 1 con 2 resinas de melamina-formaldehído
<b>Ingrediente</b>	<b>Cantidad [%]</b>	<b>Cantidad [%]</b>
<b>Fase oleosa</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>
Aceite de perfume <sup>1)</sup>	30,28	30,28
Poliisocianato <sup>2)</sup>	0,62	0,62
<b>Fase acuosa</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>
Copolímero de acrilamida y ácido acrílico <sup>3)</sup>	4,7	4,7
Resina(s) de melamina-formaldehído	4,7 <sup>4)</sup>	4,7 <sup>5)</sup>
Agua	48,3	48,3
Hidróxido de sodio	0,5	0,5
Ácido acético	0,2	0,2
Salcare® SC60 <sup>6)</sup>	10,7	10,7
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

(continuación)

	Cápsula A	Cápsula B
	Ejemplo 1 de ref. del documento WO 2013/092375 A1	Cápsula optimizada del Ejemplo 1 con 2 resinas de melamina-formaldehído
<b>Ingrediente</b>	<b>Cantidad [%]</b>	<b>Cantidad [%]</b>
<b>Relación de resina(s) de melamina/formaldehído pura(s) con respecto al aceite de perfume<sup>7)</sup></b>	<b>0,109</b>	<b>0,109</b>

1) véase la Tabla 2  
2) aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno: Takenate® D-110N; origen: Mitsui Chemicals  
3) Alcapsol™ (origen: Ciba), al 20 % de solución en agua  
4) resina de imino melamina altamente metilada Cymel® 385 (origen: Cytec), al 70 % de solución en agua  
5) mezcla 90/10 de Cymel® 385 (véase anteriormente) y Cymel 9370 (melamina altamente metilada; origen: Cytec), ambos al 70 % de solución en agua  
6) cloruro de acrilamidopropiltrimonio/copolímero de acrilamida; origen: CIBA), al 3 % de solución en agua  
7) = resina de melamina/formaldehído pura (70 % de la cantidad utilizada en <sup>2)</sup> o <sup>3)</sup>)/cantidad de aceite de perfume

Tabla 2: Aceite de perfume

Ingrediente	% en peso
2-metilbutirato de etilo	5,2 %
Acetato de amilo	2,5 %
Octanal	3,1 %
Acetato de hexilo	9,7 %
Metilparacresol	1,0 %
Limoneno	3,7 %
Butirato de amilo	1,0 %
Nonanal	2,85 %
2,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído	2,75 %
Eucaliptol	8,5 %
Mentona	0,4 %
Heptanoato de alilo	8,0 %
Decanal	9,0 %
2-metilundecanal	3,2 %
Delta damascona	5,9 %
Yara Yara	5,4 %
Neobutenona	1,0 %
1-(2,6,6-trimetil-1-ciclohex-2-enil)pent-1-en-3-ona	5,0 %
Lilial® <sup>1)</sup>	8,5 %
Undecalactona gamma	8,5 %
Norlimbanol	0,9 %
Benzoato de bencilo	3,9 %
Total	100,0 %

1) 3-(4-terc-butilfenil)-2-metilpropanal; origen: Givaudan

- 5 La fase oleosa se preparó mezclando un poliisocianato (aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno, Takenate® D-110N, origen: Mitsui Chemicals) con un aceite de perfume que comprende los ingredientes enumerados en la Tabla 2. La fase oleosa consistió en el 2 % de Takenate® D-110N y el 98 % del aceite de perfume. Preferentemente, se añadió al menos un poliisocianato semejante a Takenate D-110N en una cantidad comprendida entre el 0,1 % y el 10 %, preferentemente entre el 0,5 % y el 5 %. Después de la encapsulación y el
- 10 uso del Takenate D-110N para reticular la pared de melamina-formaldehído, el nivel residual de poliisocianato sin reaccionar en el aceite de perfume fue muy bajo y, por lo tanto, el núcleo interno de la cápsula solamente fue fabricado a partir del aceite de perfume. La Cápsula A de referencia es una repetición del Ejemplo 1 del documento WO2013/092375 A1, mientras que la Cápsula B de referencia es una optimización de la Cápsula A, utilizando una
- 15 mezcla de 2 resinas de melamina-formaldehído en lugar de una en la Cápsula A, habiéndose demostrado que la nueva segunda resina de melamina-formaldehído más hidrófoba Cymel 9370 proporciona una estabilidad un poco

más grande a la cápsula durante el almacenamiento en los productos ricos en agentes tensioactivos.

5 Para fabricar la suspensión de las cápsulas, el copolímero de acrilamida y ácido acrílico y la resina de melamina-formaldehído se disolvieron en agua para formar la fase acuosa. Después, se añadió el aceite de perfume premezclado a esta solución y el pH se reguló a 5 con ácido acético. La temperatura se elevó hasta 90 °C durante 2 horas para permitir el curado de las cápsulas. En este punto, las cápsulas se formaron, se reticularon y fueron estables. Después, se añadió una solución al 3 % en agua de Salcare® SC60 (nombre comercial de Ciba) a la mezcla a 90 °C y se dejó que reaccionara durante 1 hora a 90 °C. Después, se añadió una solución de etileno urea (50 % en peso en agua), tal como se hizo normalmente con las cápsulas aminoplásticas como un agente para depurar el formaldehído libre residual. La suspensión final contenía aproximadamente el 3 % p/p de etileno urea con respecto al peso de la suspensión y la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente. El pH final se ajustó a 7 con hidróxido de sodio.

### Ejemplo 2

#### Preparación de las microcápsulas aminoplásticas según la invención

15 Las Cápsulas C a L se prepararon según el protocolo descrito en el Ejemplo 1, con una relación significativamente más baja de resina de melamina-formaldehído pura utilizada para fabricar la pared de la cápsula, con respecto a la cantidad de aceite de perfume, comparado con los ejemplos de control (Ejemplo 1) basados en el documento WO2013/092375 A1.

Tabla 3: Composición de las Cápsulas C a L de la invención

	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
<b>Ingrediente</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>	<b>[%]</b>
<b>Fase oleosa</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>	<b>30,9</b>
Aceite de perfume	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28	30,28
Takecate® D110N <sup>1)</sup>	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62
<b>Fase acuosa</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>	<b>69,1</b>
Copolímero de acrilamida y ácido acrílico <sup>2)</sup>	4,7	4,7	4,7	4,7	4,7	4,7	4,7	4,7	3,5	3,5
Resinas de melamina-formaldehído <sup>3)</sup>	2,45 <sup>3)</sup>	1,85 <sup>3)</sup>	1,25 <sup>3)</sup>	1,0 <sup>3)</sup>	0,6 <sup>3)</sup>	0,25 <sup>3)</sup>	0,12 <sup>3)</sup>	0,03 <sup>3)</sup>	1,85 <sup>3)</sup>	1,25 <sup>3)</sup>
Agua	50,55	51,15	51,75	52	52,4	52,75	52,88	52,88	55,05	55,65
Hidróxido de sodio	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Ácido acético	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Salcare® SC60 <sup>4)</sup>	10,7	10,7	10,7	10,7	10,7	10,7	10,7	10,7	8,0	8,0
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>
<b>Relación de resinas puras de melamina/formaldehído con respecto al aceite de perfume<sup>5)</sup></b>	0,057	0,043	0,029	0,023	0,014	0,006	0,003	0,001	0,043	0,029

1) aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno: origen: Mitsui Chemicals  
 2) Alcapsol™ (origen: Ciba), al 20 % de solución en agua  
 3) mezcla 90/10 de Cymel® 385 y Cymel® 9370 (origen: Cytec), ambos al 70 % de solución en agua  
 4) Salcare® SC60 (origen: Ciba), al 3 % de solución en agua  
 5) = resina de melamina/formaldehído pura (70 % de la cantidad utilizada en <sup>2)</sup>/cantidad de aceite de perfume

### 20 Ejemplo 3

#### Diámetro promedio de las cápsulas de la invención

La distribución del tamaño de las Cápsulas A y B de control y de las Cápsulas C a L se controló por microscopía óptica y dispersión de la luz (Mattersizer S, Malvern) y el diámetro promedio se calculó (promedio aritmético) para

cada tipo de cápsulas. Los resultados se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4: Diámetro promedio de las Cápsulas A a L

Cápsulas	Diámetro promedio d(v,0,5) [µm]
Cápsulas A de Control	16
Cápsulas B de control	15
Cápsulas C	17
Cápsulas D	22
Cápsulas E	20
Cápsulas F	20
Cápsulas G	21
Cápsulas H	20
Cápsulas I	15
Cápsulas J	15
Cápsulas K	20
Cápsulas L	20

#### Ejemplo 4

##### 5 Suavizante de tejidos según la invención

Una base de un suavizante de tejidos no perfumado concentrado se preparó mezclando los ingredientes enumerados en la Tabla 5, en las cantidades indicadas. Los porcentajes están definidos en peso con relación al peso total de la base de un suavizante de tejidos no perfumado.

Tabla 5: Formulación de la base de un suavizante de tejidos no perfumado, concentrado (pH ~2,85)

Ingrediente	%
Stepantex VL90 <sup>1)</sup>	11,0
Proxel™ GXL <sup>2)</sup>	0,04
CaCl <sub>2</sub> (solución acuosa al 10 %)	0,20
Agua	88,76
1) metil bis[etil(sulf)]-2-hidroxietil metosulfato de amonio; origen: Stepan	
2) solución de dipropilenglicol acuosa al 20 % de 1,2-benzisotiazolin-3-ona; origen: Avecia	

10

Los Suavizantes C a L se prepararon mediante la adición de las Cápsulas C a L al 0,45 % en peso, con respecto al peso total del suavizante en la base del suavizante no perfumado de la Tabla 5 con agitación suave.

Preparación de un suavizante de tejidos que comprende las Cápsulas A y B de Control:

15 Los Suavizantes A y B de control se prepararon mediante la adición de las Cápsulas A y B de control al 0,45 % en peso, con respecto al peso total del suavizante en la base del suavizante no perfumado de la Tabla 5 con agitación suave.

Estabilidad de las microcápsulas aminoplásticas en los suavizantes de tejidos

Se evaluó la estabilidad en el almacenamiento de las cápsulas en los Suavizantes A y B de control y en los Suavizantes C a L. Los suavizantes se almacenaron durante hasta un mes a 37 °C o a 43 °C. La cantidad de

perfume que se ha retirado por filtración de las cápsulas se midió, después, mediante extracción con disolventes y el análisis GC-MS. Los resultados se resumen en la Tabla 6.

Tabla 6: Estabilidad en el almacenamiento de las cápsulas en los Suavizantes C a L y en los Suavizantes A y B de control

Suavizante de tejidos	Relación de resinas de melamina/formaldehído puras con respecto al aceite de perfume	% de perfume que se ha retirado por filtración de la cápsula durante el almacenamiento			
		Después de 2 semanas a 37 °C	Después de 2 semanas a 43 °C	Después de 4 semanas a 37 °C	Después de 4 semanas a 43 °C
<i>Suavizante A de control</i>	0,109	14	27	27	50
<i>Suavizante B de control</i>	0,109	11	22	23	43
Suavizante C	0,057	4	11	7	20
Suavizante D	0,043	2	7	5	11
Suavizante E	0,029	1	4	3	6
Suavizante F	0,023	0,5	2	2	5
Suavizante G	0,014	0,25	1	1	5
Suavizante H	0,006	2	10	4	18
Suavizante I	0,003	13	22	12	30
Suavizante J	0,001	19	29	20	42
Suavizante K	0,043	3	9	5	11
Suavizante L	0,029	1	4	3	5

5

Resulta evidente a partir de estos resultados ilustrados en las Figuras 1 y 2 que cada una de las Cápsulas C a J de la presente invención fue más estable en la base del suavizante que las Cápsulas A y B de control correspondientes según el documento WO2013/092375, ya que se retiró por filtración menos perfume de las cápsulas después del período de almacenamiento. Esto muestra que, a una carga de perfume constante, gracias a la adición del poliiisocianato hidrófobo en el aceite de perfume con el fin de reticular la pared de melamina-formaldehído, se necesita un nivel mucho más bajo de resina de melamina-formaldehído para fabricar la pared de la cápsula comparable con aquella que se ha descrito previamente en la técnica. No solo esta reducción en la cantidad de resina de melamina-formaldehído no tiene un impacto negativo en la estabilidad de almacenamiento de la cápsula en el suavizante, sino que también conduce, inesperadamente, a una estabilidad en el almacenamiento mucho más mejorada en comparación con las cápsulas de control, lo que sugiere una reticulación mejor/más eficaz, inesperada, de la pared de la cápsula a menor cantidad de resina de melamina-formaldehído que cuando se utiliza más resina de melamina-formaldehído. Se lograron los mejores resultados cuando la relación de la resina de melamina-formaldehído pura con respecto a la cantidad del aceite de perfume se redujo a entre 0,002 y 0,06, preferentemente entre 0,005 y 0,05 en comparación con 0,109 en las Cápsulas A y B de referencia.

La estabilidad de las Cápsulas K y L también muestra que, incluso si la cantidad del copolímero de acrilamida y ácido acrílico usado como emulsionante y la cantidad del polímero catiónico utilizado también se reducen, al mismo tiempo que la reducción del aminoplasto, esto tiene muy poco efecto negativo sobre la estabilidad de la cápsula. Ambas Cápsulas K y L son significativamente más estables que las Cápsulas A y B de control y, de hecho, muestran una estabilidad muy similar a las Cápsulas D y E correspondientes, en las que solo se redujo la cantidad del aminoplasto utilizado. Por lo tanto, esta última reducción es el factor crítico en la estabilización observada.

25

#### Rendimiento olfativo de las microcápsulas aminoplásticas en el suavizante de tejidos de la invención

El rendimiento olfativo de las Cápsulas A y B de control y de las Cápsulas C a L se evaluó en los Suavizantes A y B de control y en los suavizantes C a L, tanto frescos como después del almacenamiento durante hasta 4 semanas a 37 °C o 43 °C.

Los tejidos de rizo de algodón (20 piezas, 18 cm \* 18 cm, de aproximadamente 30 g cada una) se lavaron con 30 g del detergente no perfumado (en polvo estándar) en una lavadora (Miele Novotronic W300-33CH) a 40 °C utilizando el programa de ciclo breve. El lavado fue seguido de un enjuague a 900 rpm con 12,7 g de los Suavizantes C a L o los Suavizantes A y B de control. Después, los tejidos de rizo se secaron en línea durante 24 horas antes de evaluarse.

La intensidad de la percepción del perfume en los tejidos secos tratados con los Suavizantes C a L y los Suavizantes A y B de control se evaluó mediante un panel de 20 expertos entrenados. A ellos se les pidió que evaluaran los tejidos con una manipulación muy suave (tomarlos y llevarlos a su nariz para olerlos) primero y, después, en una segunda etapa, después de frotar los tejidos en sus manos. En ambas etapas, se les pidió que calificaran la intensidad de la percepción del perfume en una escala que variaba de 1 a 10, en la que 1 significa que no hay olor y 10 significa un olor muy fuerte. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

**Tabla 7: Rendimiento olfativo de las Cápsulas C a L en comparación con los Suavizantes A y B de control tanto frescos como después del almacenamiento durante 4 semanas a 37 °C o 43 °C**

Suavizante de tejidos	Relación de resinas de melamina/formaldehído puras con respecto al aceite de perfume	Rendimiento olfativo (valor de intensidad del perfume)					
		Fresco		4 semanas a 37 °C		4 semanas a 43 °C	
		Con manipulación muy suave	Después del frotamiento	Con manipulación muy suave	Después del frotamiento	Con manipulación muy suave	Después del frotamiento
Suavizante A de control	0,109	2,0	6,3	2,1	6,0	2,3	4,5
Suavizante B de control	0,109	2,1	6,4	2,2	6,1	2,5	4,7
Suavizante	0,057	3,1	6,95	3,1	6,85	3,6	6,2
Suavizante	0,043	3,9	8,1	3,8	7,6	3,8	6,5
Suavizante	0,029	4,1	8,2	3,65	7,8	3,9	6,6
Suavizante	0,023	3,8	7,81	No se hizo	No se hizo	4,3	6,7
Suavizante	0,014	3,7	6,9	3,65	6,9	4,2	6,5
Suavizante	0,006	3,65	6,5	3,55	6,5	3,3	6,4
Suavizante I	0,003	2,9	5,8	No se hizo	No se hizo	2,8	4,6
Suavizante J	0,001	2,7	5,5	No se hizo	No se hizo	2,6	4,0
Suavizante	0,043	4,5	7,4	No se hizo	No se hizo	4,0	6,4
Suavizante L	0,029	3,7	6,7	No se hizo	No se hizo	3,8	6,3

Estos resultados ilustrados en las Figuras 3-5 dejan claro que, en los tejidos frescos, el uso de menos resina aminoplástica para fabricar la pared de la cápsula conduce a un rendimiento olfativo significativamente más elevado de las cápsulas sobre los tejidos en comparación con las Cápsulas A y B de referencia, tanto antes como después del frotamiento si la relación de las resinas aminoplásticas puras con respecto al aceite de perfume es mayor que 0,006 (Cápsulas C a H). Cuando se utiliza una cantidad muy pequeña de las resinas aminoplásticas (relación de las resinas aminoplásticas puras con respecto al aceite de perfume entre 0,001 y 0,006, Cápsulas I y J), las cápsulas tienen un mejor rendimiento antes del frotamiento que las dos Cápsulas A y B de referencia, pero menor después del frotamiento. Los resultados muestran que se necesita una combinación de tanto la resina aminoplástica (incluso en una concentración muy baja) como el poliisocianato para lograr un impacto olfativo satisfactorio.

En comparación con los Suavizantes A y B de control, los resultados después del almacenamiento están en línea con aquellos experimentados en condiciones frescas. Las cápsulas de la invención superaron a las Cápsulas A y B de referencia, tanto antes como después del frotamiento si la relación de resinas aminoplásticas puras con respecto al núcleo de aceite de perfume es mayor que 0,006 (Cápsulas C a H). Cuando se utiliza una cantidad muy pequeña de resina aminoplástica (relación de las resinas aminoplásticas puras con respecto al núcleo del aceite de perfume entre 0,001 y 0,006, Cápsulas I y J), las cápsulas tienen un mejor rendimiento antes del frotamiento que las dos Cápsulas A y B de referencia, pero menor después del frotamiento. Esto demuestra que, a una carga de perfume constante, gracias a la adición del poliisocianato hidrófobo en el aceite de perfume con el fin de reticular la pared de melamina-formaldehído, es necesario un nivel mucho más bajo de la resina de melamina-formaldehído para fabricar la pared de la cápsula en comparación con aquella que se ha descrito previamente en la técnica. No solo esta reducción en la cantidad de resinas de melamina-formaldehído no tiene un impacto negativo sobre la estabilidad en el almacenamiento de la cápsula en el suavizante, sino que conduce inesperadamente a una estabilidad mucho más mejorada en el almacenamiento en comparación con las cápsulas de control, lo que sugiere una reticulación

mejor/más eficaz, inesperada, de la pared de la cápsula con una menor cantidad de la resina de melamina-formaldehído que cuando se utilizó más resina de melamina-formaldehído. Los mejores resultados se consiguen cuando la relación de la resina de melamina-formaldehído pura con respecto a la cantidad del núcleo de la cápsula (aceite de perfume) se reduce a entre 0,002 y 0,06, preferentemente entre 0,005 y 0,05, en comparación con 0,109 en el Cápsulas A y B de control.

Las Cápsulas K y L con una resina aminoplástica reducida y un emulsionante de poliacrilato reducido y un polímero catiónico reducido también son mejores que las Cápsulas A y B de control y funcionan de una manera muy similar a las Cápsulas D y E correspondientes, en las que solo las cápsulas aminoplásticas se redujeron en comparación con las Cápsulas A y B de control, destacando claramente la importancia de la reducción en la resina aminoplástica como los factores clave para esta mejora inesperada. El mismo patrón se observa después de 4 semanas en almacenamiento a 43 °C.

### Ejemplo 8

#### Formaldehído libre detectable en el suavizante de tejidos de la invención después de la adición de las microcápsulas aminoplásticas

Se evaluó la concentración del formaldehído libre detectable en el producto del suavizante de tejidos después de la adición del 1 % de las cápsulas en el Suavizante B de control y en los Suavizantes C a E. Los suavizantes se almacenaron durante un máximo de dos meses a 37 °C o 43 °C. La cantidad de formaldehído libre detectable que se libera desde las cápsulas en la matriz del suavizante de tejidos se midió, después, mediante derivación y análisis de HPLC-EM (procedimiento que tiene un umbral de detección de aproximadamente 1 ppm de formaldehído libre). Los resultados se resumen en la Tabla 8.

Tabla 8: Formaldehído libre detectable en el suavizante de tejidos de la invención después de la adición de las microcápsulas aminoplásticas y el almacenamiento durante 2 meses a 37 °C o 43 °C

Suavizante de tejidos	Relación de resinas de melamina/formaldehído puras con respecto al núcleo del aceite de perfume	Formaldehído libre detectable en la matriz del suavizante de tejidos después de almacenamiento	
		8 semanas 37 °C	8 semanas 43 °C
<i>Suavizante A de control</i>	0,109	20 ppm	21 ppm
<i>Suavizante B de control</i>	0,109	19 ppm	20 ppm
Suavizante C	0,057	10 ppm	12 ppm
Suavizante D	0,043	No detectable (< 1 ppm)	7 ppm
Suavizante E	0,029	No detectable (< 1 ppm)	No detectable (< 1 ppm)
Suavizante G	0,014	No detectable (< 1 ppm)	No detectable (< 1 ppm)

Tal como se esperaba, una reducción en la cantidad de resina de melamina-formaldehído utilizada para fabricar la pared de la cápsula también conduce a una reducción en la cantidad de formaldehído libre detectable que se libera durante el almacenamiento en la matriz del suavizante de tejidos. Sin embargo, inesperadamente, la reducción del formaldehído libre detectable en el suavizante de tejidos es mucho más pronunciada que la reducción de la resina de melamina-formaldehído utilizada para fabricar la pared de la cápsula.

### Ejemplo 9

#### Preparación de un detergente líquido concentrado que contiene cápsulas

Los Detergentes C, D, E y G se prepararon mediante la adición de las Cápsulas C, D, E y G al 0,6 % en peso, con respecto al peso total del detergente, a la base del detergente líquido concentrado disponible en el mercado Persil® 3X Small and Mighty (nombre comercial de Unilever, Reino Unido). Esta base (pH ~8) contiene del 5 % al 15 % de agentes tensioactivos no iónicos (tales como etoxilatos de alcohol) y agentes tensioactivos aniónicos (tales como alquilbenceno sulfonato de sodio y alquil éter sulfato de sodio), también con menos del 5 % de jabón graso.

Preparación de un detergente líquido concentrado que comprende las Cápsulas B de control

El Detergente B de control se preparó añadiendo las Cápsulas B de control al 0,60 % en peso, con respecto al peso total del detergente al detergente líquido concentrado disponible en el mercado Persil® Small and Mighty (nombre comercial de Unilever, Reino Unido).

5 Rendimiento olfativo de microcápsulas aminoplásticas en un detergente líquido concentrado de la invención

El rendimiento olfativo de las Cápsulas C, D, E y G y de las Cápsulas B de control se evaluó, después, en los Detergentes C, D, E y G y en el Detergente B de control.

10 Los tejidos (2 kg de los tejidos de rizo de algodón) se lavaron a 40 °C en una máquina de eje horizontal europeo estándar. Se dispensaron 35 g del detergente recién preparado al comienzo del lavado a través del vaso pequeño de dosificación colocado en el tambor con los tejidos. Después del lavado, los tejidos se secaron en línea y la intensidad de olor de los tejidos de algodón se evaluó mediante un panel de 20 expertos entrenados, después de 1 día de secado. Se pidió a los expertos que evaluaran la intensidad del olor de los tejidos primero antes de frotarlas y, después, tras el frotamiento suave de los tejidos a mano en una escala de 1 a 7, correspondiendo 1 a inodoro y correspondiendo 7 a un olor muy fuerte. Los resultados se muestran en la Tabla 9.

15 Tabla 9: Rendimiento olfativo de las Cápsulas C, D, E y G y las Cápsulas B de control en un detergente líquido concentrado

Detergente	Antes del frotamiento	Después del frotamiento
Detergente B de control	2,8	4,7
Detergente C	4,2	6,0
Detergente D	3,9	5,4
Detergente E	3,3	5,1
Detergente G	2,9	4,9

20 Resulta evidente que, en los tejidos frescos, el uso de menos resina aminoplástica para fabricar la pared de la cápsula conduce a un rendimiento olfativo significativamente más grande de las cápsulas sobre los tejidos en comparación con las Cápsulas B, de control tanto antes como después del frotamiento si la relación de las resinas aminoplásticas puras con respecto al aceite de perfume es mayor que 0,014 (Cápsulas C, D, E y G).

Estabilidad de las microcápsulas aminoplásticas en el detergente líquido concentrado de la invención

25 Se evaluó la estabilidad en el almacenamiento de las cápsulas en los Detergentes C, D, E y G y en el Detergente B de control. Los detergentes que comprenden las cápsulas se almacenaron durante hasta cuatro semanas a 37 °C y la cantidad del perfume que se ha retirado por filtración de las cápsulas se midió mediante extracción con disolventes y el análisis de CG-EM. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

Tabla 10: Retirada por filtración del perfume de las cápsulas en los Detergentes C, D, E y G y en el Detergente B de control

Detergente	Después de 2 semanas a 37 °C	Después de 4 semanas a 37 °C
<i>Detergente B de control</i>	36 %	54 %
Detergente C	21 %	33 %
Detergente D	19 %	29 %
Detergente E	18 %	27 %
Detergente G	19 %	30 %

30 Resulta evidente a partir de estos resultados que cada una de las Cápsulas C, D, E y G de la presente invención fue más estable en la base del detergente líquido concentrado que las Cápsulas B de control correspondientes según el

5 documento WO2013/092375, puesto que menos perfume se retiró por filtración de las cápsulas después del período de almacenamiento. Esto muestra que, a una carga de perfume constante, gracias a la adición del poliisocianato hidrófobo al aceite de perfume para reticular la pared de melamina-formaldehído, se necesita un nivel mucho más bajo de la resina de melamina-formaldehído para fabricar la pared de la cápsula en comparación con aquella que se ha descrito previamente en la técnica. No solo esta reducción en la cantidad de las resinas de melamina-formaldehído no tiene un impacto negativo en la estabilidad en el almacenamiento de la cápsula en el detergente líquido concentrado, sino que conduce inesperadamente a una estabilidad en el almacenamiento mucho más mejorada en comparación con las Cápsulas B de control, lo que sugiere una reticulación mejor/más eficaz, inesperada, de la pared de la cápsula con una menor cantidad de resina de melamina-formaldehído que cuando se utilizó más resina de melamina-formaldehído. Se consiguen los mejores resultados cuando la relación de la resina de melamina-formaldehído pura con respecto a la cantidad de aceite de perfume se reduce a entre 0,01 y 0,06, en comparación con 0,109 en las Cápsulas B de control.

10

## REIVINDICACIONES

1. Una microcápsula de núcleo-cubierta aminoplástica, de una sola cubierta, que se puede obtener mediante un procedimiento que comprende las etapas de:
- 5 1) mezclar un aceite de perfume con al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato para formar una fase oleosa;
- 2) dispersar o disolver en agua una resina aminoplástica y, opcionalmente, un estabilizante para formar una fase acuosa;
- 3) añadir la fase oleosa a la fase acuosa para formar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño promedio de la gota está comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ ;
- 10 4) realizar una etapa de curado para formar al menos una microcápsula en la forma de una dispersión líquida; y
- 5) secar, opcionalmente, la dispersión líquida para obtener al menos una microcápsula de núcleo-cubierta seca;
- caracterizada porque** la resina aminoplástica se añade en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión está comprendida entre 0,001 y 0,09.
- 15 2. Una microcápsula según la reivindicación 1, **caracterizada porque** el aceite de perfume contiene menos del 20 % en peso del disolvente.
3. Una microcápsula según la reivindicación 1 o 2, **caracterizada porque** la resina aminoplástica se añade en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,003 y 0,06.
- 20 4. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada porque** la resina aminoplástica se añade en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,005 y 0,04.
5. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 4, **caracterizada porque** la resina aminoplástica se añade en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,005 y 0,009.
- 25 6. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada porque** al menos un poliisocianato es una mezcla de al menos un poliisocianato alifático y al menos un poliisocianato aromático, estando presentes el poliisocianato alifático y el poliisocianato aromático en una relación molar respectiva que varía desde 80:20 hasta 10:90.
- 30 7. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada porque** al menos un poliisocianato es un poliisocianato aromático.
8. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada porque** al menos un poliisocianato se añade en una cantidad tal que la relación p/p del poliisocianato con respecto al aceite de perfume en la dispersión está comprendida entre 0,001 y 0,1, preferentemente entre 0,003 y 0,06, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,04.
- 35 9. Una microcápsula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada porque** la resina aminoplástica es un condensado de melamina-formaldehído o de urea-formaldehído.
10. Una composición perfumante que comprende
- 40 (i) las microcápsulas definidas en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9
- (ii) al menos un ingrediente seleccionado del grupo que consiste en un vehículo de perfumería, un coingrediente perfumante y mezclas de los mismos; y
- (iii) opcionalmente, al menos un adyuvante de perfumería.
11. Un producto de consumo perfumado líquido que comprende
- 45 a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo;
- b) agua o un disolvente orgánico hidrófilo miscible en agua; y
- c) las microcápsulas definidas en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.
12. Un producto de consumo perfumado en polvo que comprende
- 50 a) desde el 2 hasta el 65 % en peso, con respecto al peso total del producto de consumo, de al menos un agente tensioactivo; y
- b) las microcápsulas definidas en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.
13. Un producto de consumo perfumado líquido o en polvo, según la reivindicación 11 o 12, **caracterizado porque**

dicho producto es un producto para el cuidado personal o del hogar.

14. Un procedimiento para la preparación de microcápsulas aminoplásticas que comprende las etapas de:

- 5
- 1) mezclar un aceite de perfume con al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos funcionales de isocianato para formar una fase oleosa;
  - 2) dispersar o disolver en agua una resina aminoplástica y, opcionalmente, un estabilizante para formar una fase acuosa;
  - 3) preparar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño promedio de la gota está comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ , mediante el mezclado de la fase oleosa y la fase acuosa;
  - 4) realizar una etapa de curado para formar microcápsulas en la forma de una dispersión líquida; y
  - 10 5) secar, opcionalmente, la dispersión líquida para obtener las microcápsulas de núcleo-cubierta secas;

**caracterizado porque** la resina aminoplástica se añade en una cantidad tal que la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite de perfume en la dispersión esté comprendida entre 0,001 y 0,09.

15. El uso de las cápsulas definidas en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 como un sistema de suministro de perfume en un producto de consumo rico en agentes tensioactivos.

15 16. Una microcápsula de núcleo-cubierta aminoplástica de una sola cubierta definida en las reivindicaciones 1 a 9, con un tamaño comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$  que comprende

- un núcleo que comprende un aceite de perfume;
- una cubierta fabricada a partir de una resina aminoplástica reticulada con un poliisocianato;

20 **caracterizada porque** la relación p/p entre la resina aminoplástica y el aceite del perfume en la cápsula está comprendida entre 0,001 y 0,09, preferentemente entre 0,003 y 0,06, más preferentemente entre 0,005 y 0,04, lo más preferentemente entre 0,005 y 0,009.

Figura 1

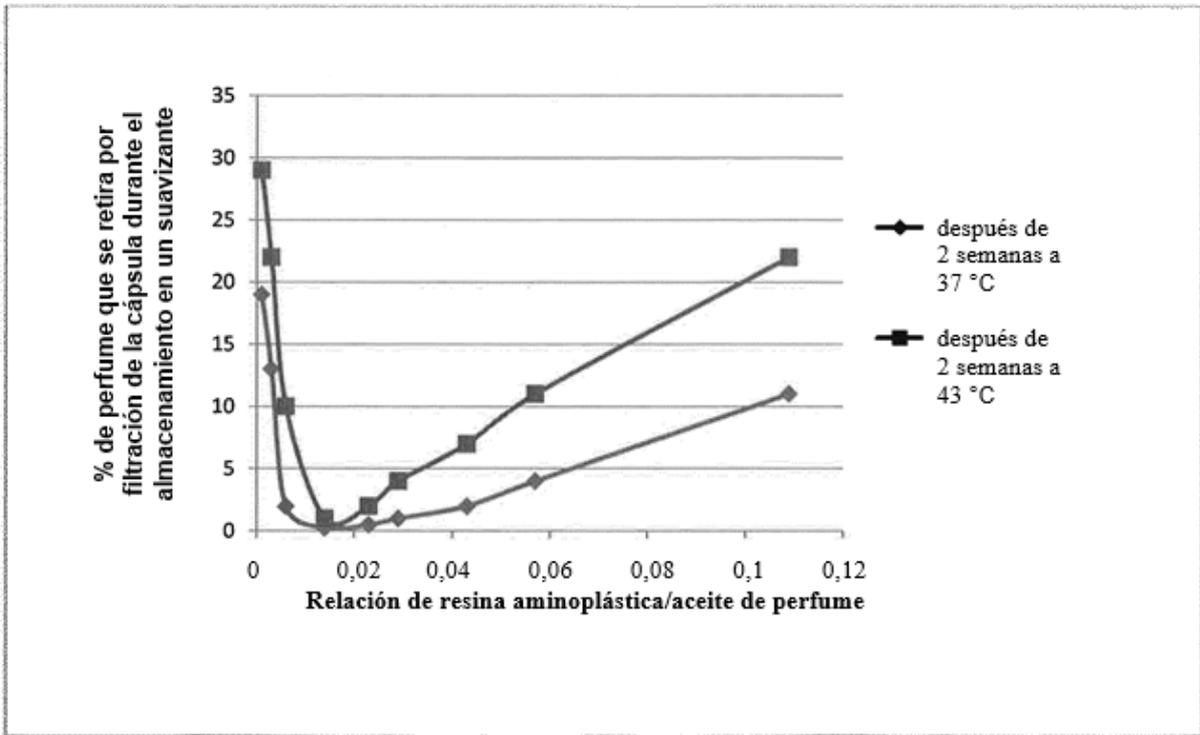


Figura 2

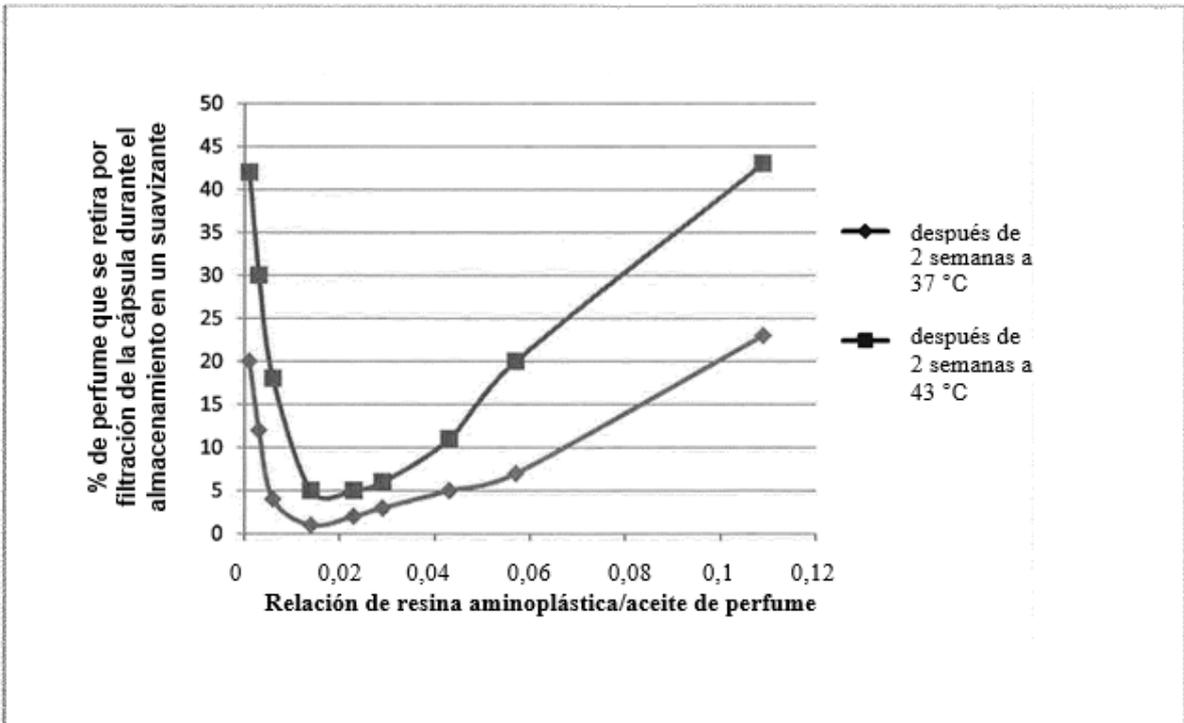


Figura 3

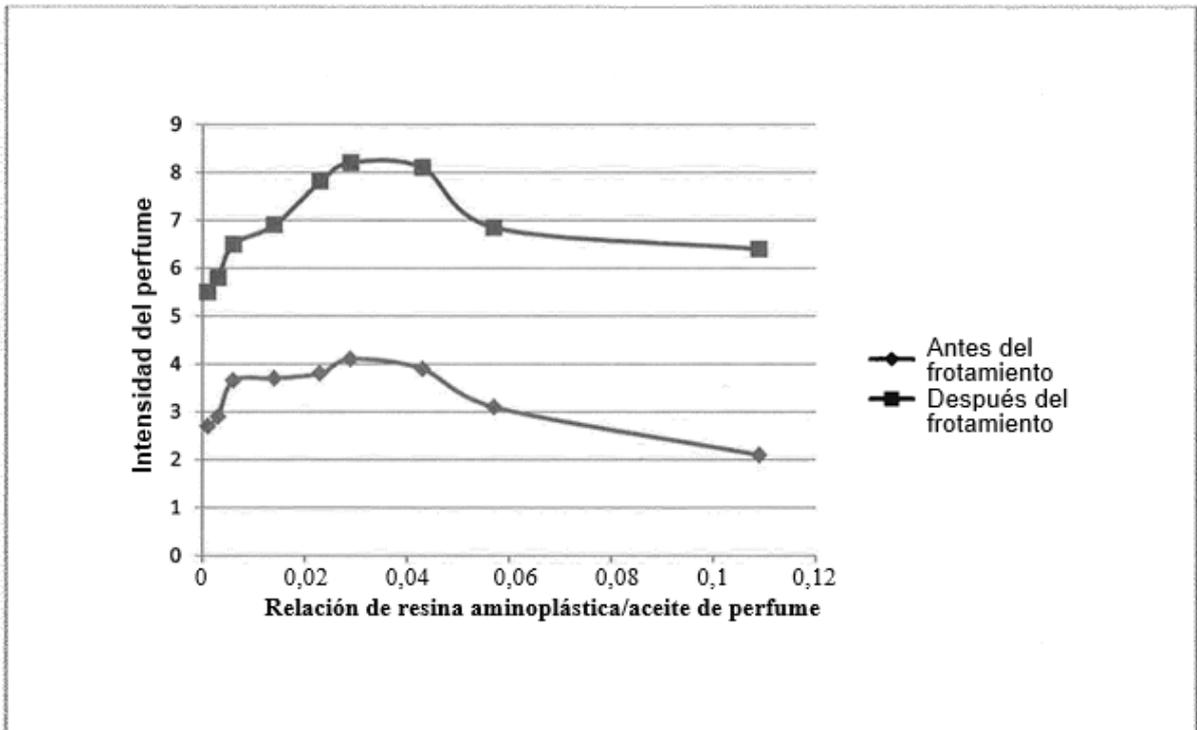


Figura 4

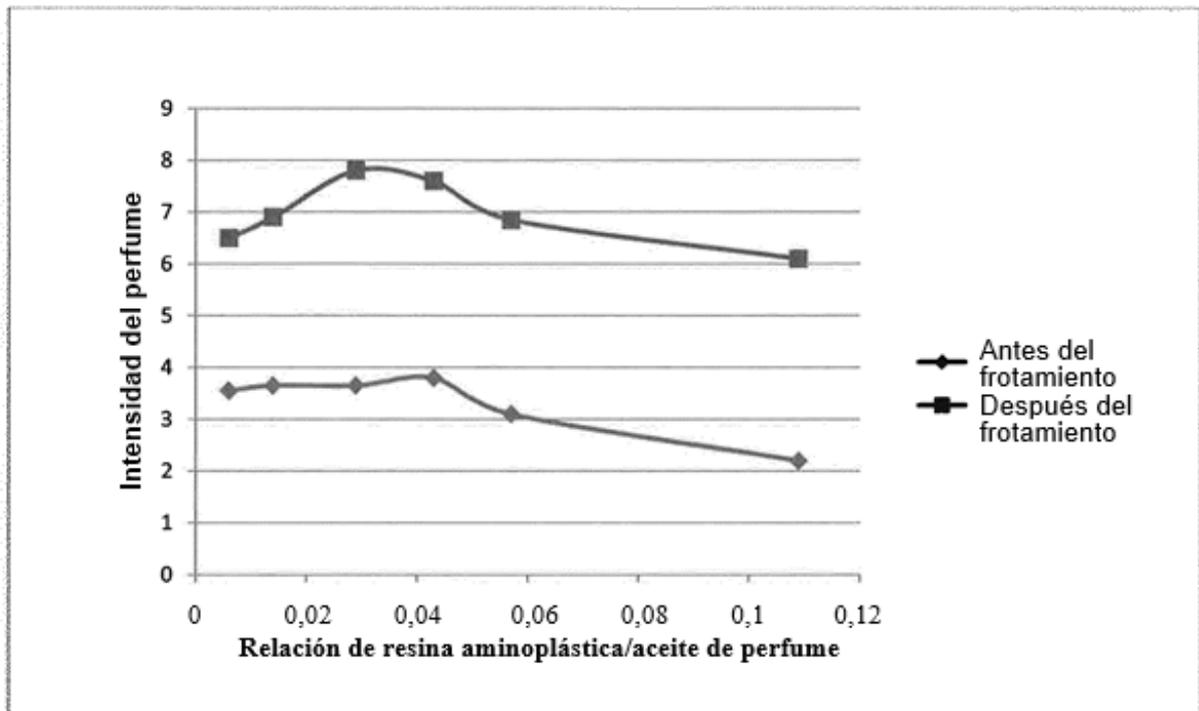


Figura 5

