

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 707 777**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2016 PCT/EP2016/059321**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.11.2016 WO16177607**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2016 E 16718690 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.10.2018 EP 3289058**

54 Título: **Microcápsulas con cubierta de polímero con polímero de deposición**

30 Prioridad:

01.05.2015 EP 15166143

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

05.04.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**FERGUSON, PAUL y
JONES, CHRISTOPHER CLARKSON**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 707 777 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

Microcápsulas con cubierta de polímero con polímero de deposición

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a microcápsulas de cubierta de polímero con polímero de deposición para el suministro de agentes beneficiosos y su incorporación en productos de consumo y a un procedimiento para fabricar las microcápsulas.

Antecedentes

10 El documento WO07062833 (Unilever) desvela, en el Ejemplo 2, el injerto de un polímero de deposición de goma de algarroba en una cápsula de poliuretano usando polimerización de adición de acetato de vinilo. La reivindicación 7 menciona el polixiloglucano (también denominado xiloglucano) como material de polisacárido no cargado y la reivindicación 3 menciona el formaldehído de melamina como material de cubierta.

15 El documento WO08145547 (Unilever) desvela un procedimiento para la unión de un polímero de deposición no iónico, sustantivo a los textiles, a las partículas de núcleo-cubierta. El Ejemplo 7 forma microcápsulas de formaldehído de melamina y, después, une un polímero de deposición de goma de algarroba a las mismas usando prepolímero de formaldehído de melamina. El Ejemplo 8 une tanto la goma de algarroba como los polímeros de deposición no iónicos de xiloglucano a las microcápsulas mediante el uso de diversos polímeros de adición.

20 El documento WO2012/007438 (Unilever) desvela un agente beneficioso que contiene partícula que comprende una cubierta de múltiples capas en la que la cubierta exterior puede ser una poliurea (véase página 8, línea 27) con un polímero de deposición exterior a la cubierta (reivindicación 4 y págs. 28-30). La cubierta interior es poli metacrilato. La página 36 sugiere añadir polímero de deposición posteriormente y, si es necesario, con "más isocianato y comonomero". El Ejemplo 1 es poliuretano. El único polímero de deposición usado es una cadena de polímero PET-POET post-injertado en poliuretano con poliuretano (de una reacción de condensación).

25 El documento WO2012/038144 (Unilever) desvela, en el Ejemplo 1, la unión de un agente de deposición de xiloglucano a microcápsulas de perfume de formaldehído de melamina preformadas por medio de una solución de prepolímero de más formaldehído de melamina. La deposición de perfume en ausencia de enzima mananasa se mostró que era la misma que la goma de algarroba. En presencia de mananasa, el xiloglucano se realizó significativamente mejor que el control de goma de algarroba. En el Ejemplo 3, los agentes de deposición se unieron usando acetato de vinilo.

30 El documento US2014/0142019 (Unilever) desvela una partícula de liberación de agente beneficioso que comprende hidroxipropilcelulosa (HPC). La partícula de liberación de agente beneficioso puede comprender además un polímero no polisacárido, preferentemente un polímero aminoplástico. La partícula de liberación de agente beneficioso puede comprender un perfume.

35 El procedimiento para la preparación de las partículas es preferentemente un procedimiento de dos etapas en el que la primera etapa forma una partícula que comprende el agente beneficioso y la segunda etapa aplica un revestimiento a la cápsula que incluye la HPC como polímero de deposición. La primera etapa puede ser crecimiento por etapas o polimerización por adición y la segunda etapa (es decir, la unión de la HPC) es preferentemente polimerización por adición. Las clases adecuadas de monómeros para la polimerización de crecimiento por etapas se dan en el grupo que consiste en la clase de melamina/urea/formaldehído, la clase de isocianato/diol (preferentemente, los poliuretanos) y poliésteres. Las preferidas son las clases de melamina/formaldehído de urea y los poliuretanos. Los párrafos 73 y 74 enseñan que el polímero de deposición de HPC está unido usando acetato de vinilo y o acrilato de metilo.

40 Los encapsulados (microcápsulas) fabricados usando formaldehído tienen problemas con la evolución de formaldehído y se emplea un depurador de formaldehído. Esto se suma a la carga química y puede inhibir la flexibilidad de formulación. Últimamente, el formaldehído de melamina, que durante muchos años se ha preferido sobre el formaldehído de urea debido a su reducida tendencia a desarrollar formaldehído, ha estado bajo presión para la eliminación de productos de consumo debido a su potencial persistencia en el medio ambiente. Por lo tanto, se busca un material de cubierta alternativo para microcápsulas de perfume para la liberación de otros agentes beneficiosos en productos de consumo. El poliuretano ha sido propuesto como una alternativa, pero la reacción de isocianatos con polioles requiere el uso de otros productos químicos para iniciarla y pueden causar problemas si entran en contacto con muchos agentes beneficiosos sensibles. Típicamente, una cápsula de poliuretano tiene que ser terminada con una amina que reacciona sobre la gran cantidad de sitios de isocianato sin reaccionar en la cubierta de poliuretano. Este es un procedimiento engorroso y hace que estas partículas sean caras de producir incluso si los iniciadores son compatibles con el contenido de agente beneficioso. La adición de un polímero de deposición de polisacárido no iónico a tal partícula base compleja sería más probable que requiera el uso de polímeros de adición, lo que complica aún más la química y aumenta el coste.

5 Resulta deseable que el polímero de deposición para un material de cubierta alternativo sea el que ya se ha mostrado que es ventajoso para el formaldehído de melamina; es decir, un polisacárido no iónico. Para lograr la eliminación del formaldehído de melamina a partir del producto, la unión de tal polímero de deposición a un material de cubierta de formaldehído no melamina no se puede lograr usando la ruta de prepolímero conocida como comúnmente se emplea para el formaldehído de melamina. La ruta alternativa conocida de "polímero de adición" nunca ha encontrado favor fuera del laboratorio porque complica excesivamente el procedimiento de fabricación. Por lo tanto, resultaba necesario hallar un material de pared de cubierta diferente adecuado para su uso con los polímeros de deposición no iónicos ventajosos y para idear un nuevo procedimiento para unir esos polímeros de polisacáridos no iónicos a ese material de pared de cubierta.

10 El documento US 2012/0148644A1 (IFF) describe la síntesis de microcápsulas con cubiertas de poliurea (párrafo 180) para la liberación de perfume como agente beneficioso. La poliurea se forma preferencialmente usando polimerización interfacial de poliisocianato y diamina. En los ejemplos, estos desvelan que la carboximetilcelulosa se puede usar para mejorar la intensidad de la fragancia percibida (párrafo 185). Estos también desvelan la adición de polímeros de deposición (al inicio, durante y después de la formación de la cápsula), pero estos son catiónicos (o anfóteros) y no basados en polisacáridos (párrafo 189). Merquat 100 es un polímero catiónico altamente cambiado.

15 El documento US 2013/330292 (IFF) describe cápsulas de poliurea, que contienen, opcionalmente un adyuvante de deposición. Se dice que las cápsulas son adecuadas para productos de consumo. Se mencionan adyuvantes de deposición cargados y descargados y, opcionalmente, estos se pueden unir a través de un enlace covalente. Los polisacáridos se mencionan como un posible adyuvante de deposición. En las realizaciones preferidas, en las que las cápsulas se incluyen en productos de consumo, tales como acondicionador de cabello, no se usa ningún adyuvante de deposición.

Sumario de la invención

25 De acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición que contiene una microcápsula que comprende un tensioactivo o material catiónico y al menos el 0,01 % en peso de una microcápsula que comprende un agente beneficioso dentro de una cubierta de poliurea que se caracteriza porque la poliurea tiene un polímero de deposición de polisacárido no iónico unido covalentemente al mismo. Los polímeros de deposición no iónicos son conocidos por proporcionar una deposición mejorada sobre materiales celulósicos para otros tipos de material de cubierta. Cuando se une a la poliurea hemos hallado, sorprendentemente, que, en comparación a cuando se une a microcápsulas de la técnica anterior, estos proporcionan una aglomeración reducida de las microcápsulas y una capacidad para que las microcápsulas permanezcan mejor dispersadas en los productos que contengan tensioactivo.

30 Preferentemente, el polímero de deposición se selecciona del grupo que consiste en manano, glucano, glucomanano, xiloglucano, hidroxialquil celulosa, dextrano, galactomanano y mezclas de los mismos. Más preferentemente, el polímero de deposición es xiloglucano, galactomanano, dextrano o hidroxipropilcelulosa y lo más preferentemente es un xiloglucano o hidroxipropilcelulosa.

Los polisacáridos no iónicos preferidos son aquellos con un peso molecular P_m de más de 40 kDa.

35 La relación en peso del polímero de deposición con respecto a la cubierta de poliurea se encuentra preferentemente en el intervalo de 1:500 a 1:2 puesto que esto logra los beneficios sorprendentes observados previamente. El efecto inventivo es ventajosamente obtenible a bajos niveles de injerto desde 1:500 hasta 1:10, incluso 1:400 a 1:20, el polímero de deposición no iónico con respecto a la cubierta de poliurea.

40 La microcápsula comprende preferentemente al menos el 50 % en peso, más preferentemente más del 80 % en peso de materiales de núcleo, incluyendo el agente beneficioso, y del 1 al 30 % en peso de cubierta de poliurea. Más preferentemente, la cubierta comprende hasta el 10 % en peso de la microcápsula. La cantidad de cubierta se ajusta como es conocido por la persona experta en la materia para afinar la friabilidad de la microcápsula y para retener eficazmente su contenido. La cantidad de agente beneficioso como % en peso del total es preferentemente al menos el 10 % en peso, más preferentemente al menos el 20 % en peso, incluso más preferentemente al menos el 30 % en peso y lo más preferentemente al menos el 40 % en peso o incluso al menos el 50 % en peso.

El nivel de polímero de deposición es preferentemente desde el 0,1 hasta el 10 % en peso, más preferentemente desde el 0,2 hasta el 5 % en peso, basándose en el peso de la microcápsula.

45 La poliurea ventajosamente puede estar formada por la reacción de poli-isocianato y diamina. La polifuncionalidad del isocianato se piensa que proporciona suficientes sitios de reacción de isocianato libres para que la unión covalente se produzca fácilmente.

Preferentemente, la composición que contiene la microcápsula es un detergente para el lavado de ropa y la composición comprende además al menos el 5 % en peso de tensioactivo aniónico.

55 Como alternativa, la composición que contiene la microcápsula es una composición de limpieza de la piel o composición de champú para el cabello y la composición comprende además al menos el 2 % en peso de

tensioactivo.

Como alternativa, la composición que contiene la microcápsula es una composición de acondicionador para el cabello y la composición comprende además al menos el 1 % en peso de material catiónico.

5 Las composiciones que comprenden las microcápsulas son preferentemente productos de consumo y, de acuerdo con la preferencia del consumidor y para enmascarar el olor de otros ingredientes, las composiciones preferentemente comprenden además al menos el 0,1 % en peso de perfume además de tensioactivo o material catiónico.

10 También de acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de fabricación de las microcápsulas, para su uso en las composiciones de la invención, que contienen un agente beneficioso dentro de una cubierta de poliurea que tiene un polímero de deposición de polisacárido no iónico unido covalentemente a él, en el que se añade el polisacárido no iónico al menos 15 minutos después del comienzo del curado de la poliurea.

Descripción detallada de la invención

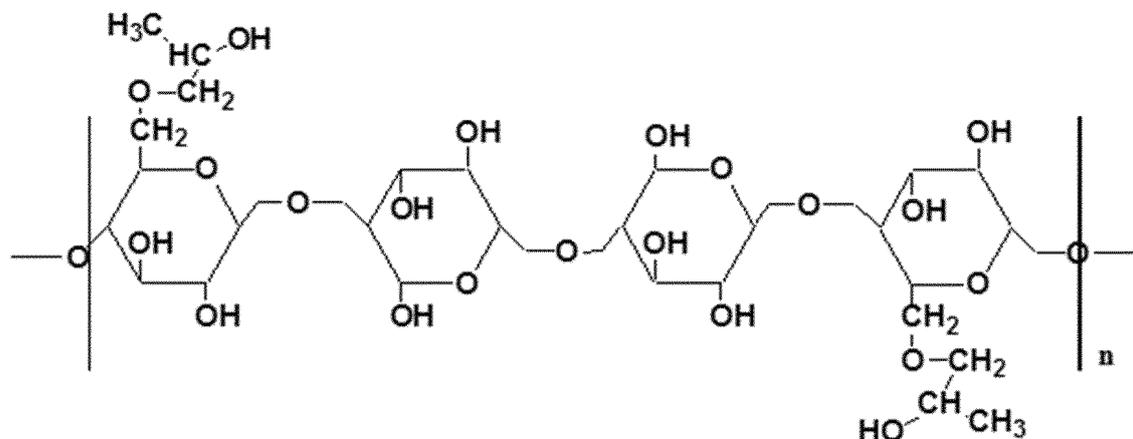
El polímero de deposición de polisacárido no iónico

15 Los polímeros de deposición de polisacáridos no iónicos preferidos se pueden seleccionar del grupo que consiste en: goma de tamarindo (preferentemente que consiste en polímeros de xiloglucano), goma guar, goma de algarroba (preferentemente que consiste en polímeros de galactomanano) y otras gomas y polímeros industriales, que incluyen, pero no se limitan a, Tara, fenogreco, Aloe, chía, linaza, semilla de *Psyllium*, semilla de membrillo, xantano, gellan, welan, rhamsan, dextrano, curdlan, pululano, escleroglucano, esquizofilano, quitina, hidroxialquilcelulosa, arabinano (preferentemente de remolachas azucareras), arabinano desramificado (preferentemente de remolachas azucareras), arabinosilano (preferentemente de centeno y harina de trigo), galactano (preferentemente de altramuz y patatas), galactano péctico (preferentemente de patatas), galactomanano (preferentemente de algarroba, e incluyendo ambas viscosidades baja y alta), glucomanano, liquenano (preferentemente de musgo islandés), manano (preferentemente de nueces de Marfil), paquimano, ramnogalacturonano, goma arábica, agar, alginatos, carragenano, quitosano, clavan, ácido hialurónico, heparina, inulina, celodextrinas, celulosa, derivados de celulosa y mezclas de los mismos.

Los polisacáridos no iónicos no hidrolizables son los más preferidos. El polisacárido tiene preferentemente una cadena principal β -1,4-ligada. Sin embargo, el dextrano, que no tiene una cadena principal de este tipo, también es preferido.

30 Preferentemente, el polisacárido es una celulosa, un derivado de celulosa, u otro polisacárido β -1,4-ligado que tiene una afinidad por la celulosa, preferentemente manano, glucono, glucomanano, xiloglucano, galactomanano y mezclas de los mismos. Más preferentemente, el polisacárido se selecciona del grupo que consiste en xiloglucano e hidroxipropilcelulosa. El galactomanano es típicamente de goma de algarroba y/o guar.

Un polisacárido no iónico altamente preferido es hidroxipropilcelulosa con un peso molecular de más de 40 kDa. La hidroxipropil celulosa (HPC) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generales a continuación:



Se pueden obtener especialmente buenos resultados cuando la HPC es una con una viscosidad en solución acuosa al 2 % en peso de 1000 a 4000 mPa.s. Las mediciones de viscosidad se realizan utilizando un viscosímetro Brookfield, husillo n.º 3, a 30 rpm. Los materiales de viscosidad más baja se miden usando el husillo n.º 2, a 60 rpm.

40 La HPC es un éter de celulosa en el que algunos de los grupos hidroxilo en las unidades de glucosa que se repiten han sido hidroxipropilados formando grupos $-\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ usando óxido de propileno. El número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de glucosa se conoce como el grado de sustitución (DS). La sustitución

completa sería proporcionar un DS de 3. Sin embargo, como el grupo hidroxipropilo contiene un grupo hidroxilo, este también puede ser eterificado durante la preparación de la HPC. Cuando esto se produce, la cantidad de moles de grupos hidroxipropilo por anillo de glucosa, moles de sustitución (MS), puede ser mayor que 3.

5 La mayoría (típicamente, aproximadamente el 75 % para un DS de 3) de la masa de HPC se encuentra en los grupos sustituyentes en lugar de la cadena principal.

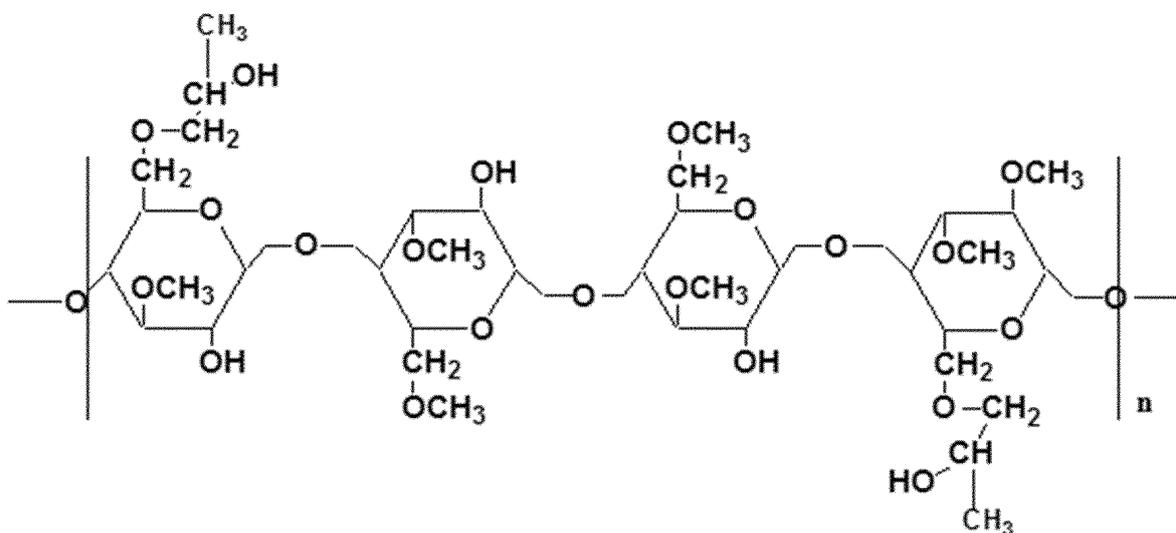
Además, se pueden usar los polisacáridos no iónicos seleccionados del grupo que consiste en: hidroxipropil metil celulosa, hidroxietil metil celulosa, guar de hidroxipropilo, etil celulosa de hidroxietilo y metil celulosa.

10 El espaciado anular de estos polímeros unidos por β -1,4 es tal que cada anillo alterno del polímero está bien colocado para permitir una interacción de pseudo-enlace de hidrógeno con las nubes de electrón-pi de los anillos de ftalato en poliéster. Además, estos polímeros tienen un equilibrio de hidrofobicidad e hidrofiliidad, lo que significa que son capaces de interactuar con un tejido sin ser tan hidrófobos como para ser insolubles. Otros polisacáridos modificados no iónicos, por ejemplo, la hidroxietil celulosa, no tienen las propiedades correctas y muestran un rendimiento deficiente como polímeros de deposición, especialmente en poliéster.

15 En aquellos éteres de productos celulósicos en los que algunos de los grupos hidroxilo en las unidades de glucosa que se repiten han sido hidroxialquilados, se hace referencia al número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de glucosa como el grado de sustitución (DS). La sustitución completa proporcionaría un DS de 3. Sin embargo, si el grupo sustituyente en sí mismo contiene un grupo hidroxilo, este también puede ser eterificado. Cuando esto se produce, el número de moles de grupos sustituyentes por anillo de glucosa, moles de sustitución (MS), puede ser mayor que 3.

20 Algunos de los grupos -OH (en los casos en los que están presentes) en el grupo colgante hidroxil-alquilo pueden reemplazarse con éteres de alquilo. Típicamente, estos son éteres de alquilo C_1 - C_{20} , y pueden ser, en casos específicos, éteres C_{16} - C_{22} . La cadena de alquilo más preferida es estearilo.

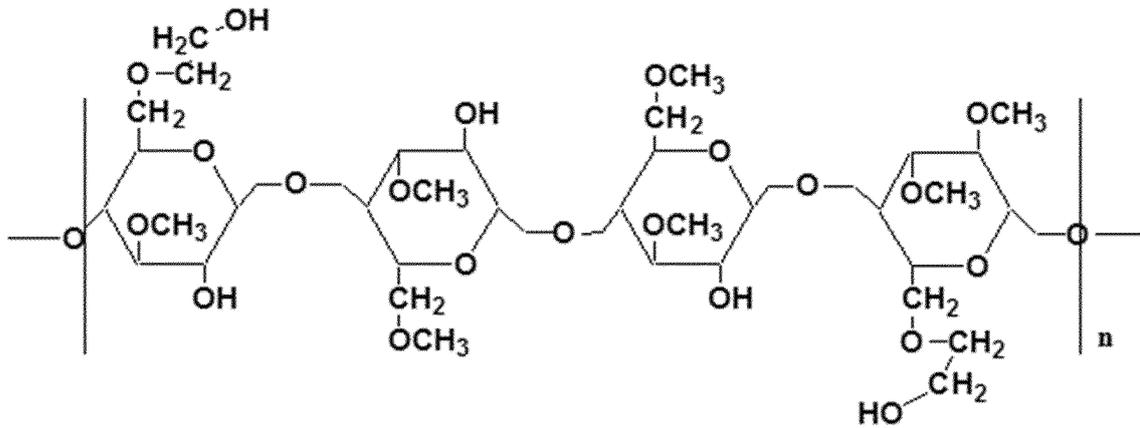
La hidroxipropil metil celulosa (HPMC) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



25 Puesto que los sustituyentes hidroxipropoxi pueden unirse entre sí en cadenas laterales, el grado de sustitución de la HPMC puede ser mayor que 3.

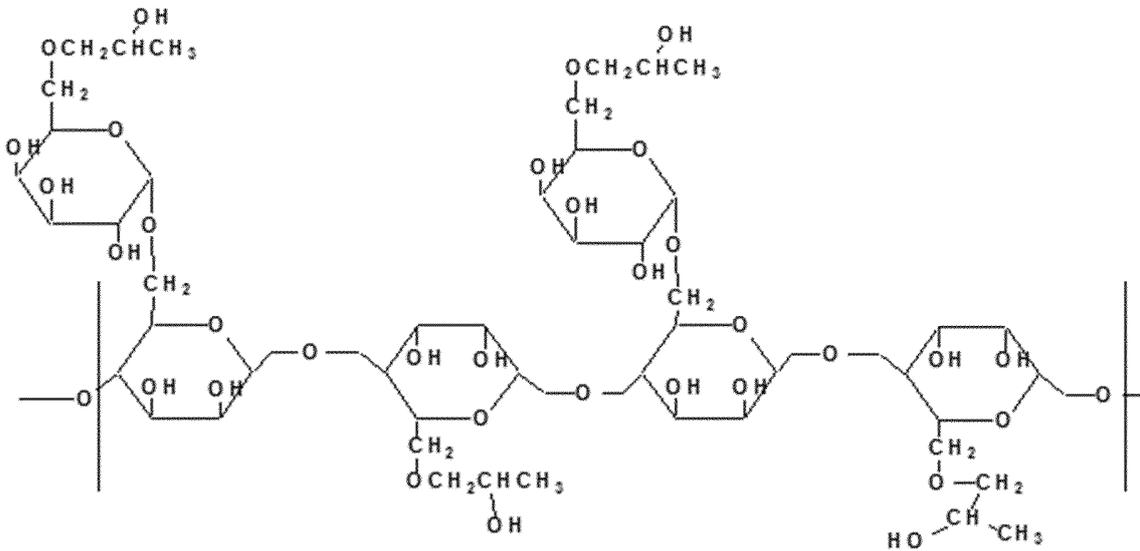
30 En los derivados útiles de la HPMC "Sangelose", algunos de los grupos -OH en el grupo colgante hidroxipropilo se reemplazan con éteres de alquilo. Típicamente, estos son éteres de alquilo C_1 - C_{20} , y pueden ser, en casos específicos, éteres C_{16} - C_{22} . La cadena de alquilo más preferida es estearilo.

La hidroxietil metil celulosa (HEMC) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



Puesto que los sustituyentes etoxi pueden unirse entre sí en cadenas laterales, el grado de sustitución puede ser mayor que 3.

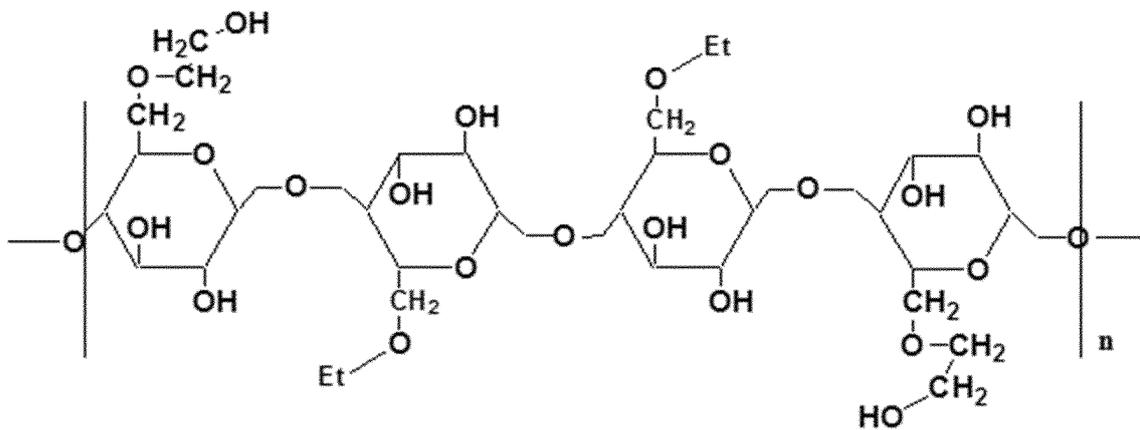
La hidroxi-propil guar (HPG) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



5

Puesto que los sustituyentes hidroxipropoxi pueden unirse entre sí en cadenas laterales, el grado de sustitución en la HPG puede ser mayor que 3.

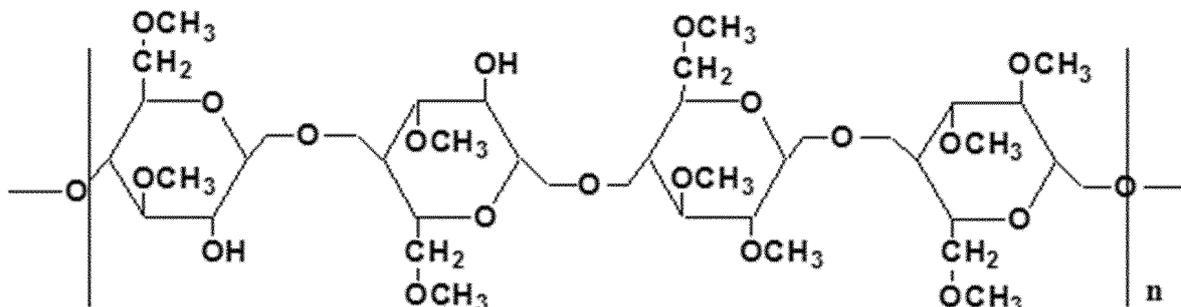
La hidroxi-etil celulosa (HEEC) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



10

La HEEC es menos preferida que otros adyuvantes de administración de polisacáridos no iónicos desvelados en el presente documento.

La metil celulosa (ME) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



El máximo grado de sustitución (DS) teórico es 3,0. Sin embargo, los valores más típicos son de 1,3 a 2,6.

5 Se pueden obtener especialmente buenos resultados cuando el polímero de deposición es uno que tiene una viscosidad en solución acuosa al 2 % en peso de más de 1000 mPa.s. Las mediciones de viscosidad se realizan usando un viscosímetro Brookfield, husillo n.º 3, a 30 rpm. Los materiales con menor viscosidad se miden usando el husillo n.º 2, a 60 rpm.

10 Preferentemente, el polímero de deposición de polisacárido no iónico tiene un peso molecular superior a 50 kDa y más preferentemente superior a 140 kDa, lo más preferentemente superior a 500 kDa. A medida que aumenta el peso molecular, generalmente aumenta el rendimiento del polímero de deposición.

El DS está típicamente en el intervalo de 1,0 a 3, más preferentemente por encima de 1,5 a 3, lo más preferentemente, cuando sea posible, de 2,0 a 3,0.

Una MS típica para el polímero de deposición es de 1,5 a 6,5. Preferentemente, la MS está en el intervalo de 2,8 a 4,0, más preferentemente por encima de 3,0, lo más preferentemente de 3,2 a 3,8.

15 Preferentemente, el polímero adyuvante de deposición está presente a niveles tales que la relación, polímero:sólidos en partículas, está en el intervalo de 1:500 a 3:1, más preferentemente de 1:500 a 1:2 y lo más preferentemente de 1:200 a 1:2.

La Poliurea

20 Las poliureas se forman de diisocianatos o poliisocianatos con diaminas o poliaminas. Normalmente, para fabricar una microcápsula, la parte de cianato está presente en una fase dispersa (oleosa) y la parte de amina está presente en la fase continua (acuosa). La cubierta se forma mediante polimerización interfacial en la interfaz de fase. Esta reacción y la fabricación de microcápsulas de cubierta de poliurea es ampliamente conocida y entendida por la persona experta en la materia y la invención se puede aplicar a cualquier tipo de microcápsula de poliurea.

Cuando se usa un diisocianato, este puede ser alifático lineal, cicloalifático o aromático.

25 Los poliisocianatos aromáticos adecuados comprenden, pero no se limitan a, diisocianato de 2,4- y 2,6-tolueno, diisocianato de naftaleno, diisocianato de difenilmetano y triisocianato de trifenilmetano-p,p'-tritol, isocianato de polimetileno polifenileno, triisocianato de 2,4,4'- difeniléter, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-difenilo, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-difenilo y triisocianato de 4,4'4"-trifenilmetano.

30 Los poliisocianatos alifáticos adecuados comprenden, pero no se limitan a, 4,4'-diisocianato de dicrohexilmetano, hexametileno-1,6-diisocianato, diisocianato de isoforona, diisocianato de trimetilhexametileno, trímero de hexametileno,6-diisocianato, trímero de isoforona diisocianato, diisocianato de 1,4-ciclohexano, urea de hexametileno diisocianato, diisocianato de trimetileno, propileno-1,2-diisocianato y butileno-1,2-diisocianato y mezclas de los mismos.

35 Las diaminas adecuadas pueden comprender aminas, tales como etilenodiamina (EDA), fenilenodiamina, toluenodiamina, hexametilendiamina, dietilnotriamina, tetraetilenopentaamina, pentametileno hexamina, 1,6-hexanodiamina, metilnotetramina, 2,4-diamino-6-metil-1,3,5 triazina 1,2-diaminociclohexano, 4,4'-diamino-difenilmetano, 1,5-diaminonaftaleno, 2,4,4'-triaminodifeniléter, bis(hexa-metilentriamina), 1,4,5,8-tetraaminoantraquinona, isoforona diamina, diamino propano y diaminobutano, y mezclas de los mismos. También se pueden usar aminas poliméricas, por ejemplo, Jeffamines (poliéter amina) y poli(etilenoimina).

40 Se prefieren sales de diamina o amina solubles en agua o poliaminas o sales de poliaminas ya que la amina está habitualmente presente en la fase acuosa. Se prefieren las combinaciones de poliisocianatos y diaminas porque la funcionalidad plural permite estructuras conectadas en red y que tienen el material funcional plural en la fase dispersa y reduce la posibilidad de que se formen enlaces entre partículas adyacentes y la aglutinación resultante.

Otros materiales adecuados se desvelan, por ejemplo, en el documento US2014/0017287. Las tecnologías de pared de cápsula basadas en isocianato también se desvelan en los documentos WO 2004/054362; EP 0 148149; EP 0 017 409; U.S. 4.417.916, U.S. 4.124.526, US 6.566.306, US 6.730.635, WO 90/08468, WO 92/13450, US 4.681.806, US 4.285.720, US 6.340.653 y EP 2673078.

5 **El agente beneficioso**

Un agente beneficioso es un material que, cuando se deposita sobre un sustrato, confiere algún efecto deseable a ese sustrato. Como tal, este comprende una amplia selección de materiales. Debido a que las cápsulas de poliurea se preparan mediante polimerización interfacial a partir de una emulsión de aceite en agua, el agente beneficioso es generalmente un material hidrófobo que es miscible con una fase oleosa o forma la fase oleosa.

10 Los agentes beneficiosos adecuados incluyen materias primas de perfume (también denominados en el presente documento como fragancia), aceites de silicona, ceras, hidrocarburos, ácidos grasos superiores, aceites esenciales, lípidos, refrigerantes de piel, vitaminas, protectores solares, antioxidantes, agentes reductores del mal olor, materiales que controlan el olor, agentes suavizantes de piel, repelentes de insectos y polillas, colorantes, quelantes, agentes de desinfección, agentes de control de gérmenes, agentes para el cuidado de la piel, activos naturales, 15 agentes antibacterianos, conservantes, quimiosensatos (por ejemplo, mentol), agentes bronceadores sin sol (por ejemplo, dihidroxiacetona), emolientes (por ejemplo, aceite de girasol y vaselina), agentes antienviejecimiento, agentes antiinflamatorios, agentes acondicionadores de la piel, agentes aclaradores de la piel y mezclas de los mismos.

20 Los agentes beneficiosos preferidos son fragancia, agentes antienviejecimiento, agentes antimicrobianos, agentes antibacterianos, agentes antifúngicos, lubricantes y colorantes de oscurecimiento. Otros posibles agentes beneficiosos incluyen: antioxidantes, vitaminas, activos antiinflamatorios, agentes aclaradores de la piel, agentes acondicionadores de la piel, por ejemplo, ácido 12-hidroxi esteárico, aceites, repelentes de insectos y protectores solares. Estos se describen con detalle en la literatura. Por ejemplo: documentos WO13/026657 y WO12/022736.

Materiales opcionales en la microcápsula (incluyendo la pared)

25 El isocianato debe ser soluble en lo que formará el núcleo de la microcápsula, por lo que puede ser necesario material adicional si el agente beneficioso no disuelve el isocianato.

30 La microcápsula, por lo tanto, puede comprender, opcionalmente, un aceite portador (también denominado en el presente documento diluyente). Será evidente para una persona experta en la materia qué aceites son adecuados para su uso con una determinada composición de beneficios. Los aceites portadores son materiales hidrófobos que son miscibles en los materiales del agente beneficioso usados en la presente invención. Los aceites adecuados son aquellos que tienen una afinidad razonable por el agente beneficioso. Los materiales adecuados incluyen, pero sin limitación, aceite de triglicéridos, mono y diglicéridos, aceite mineral, aceite de silicona, ftalato de dietilo, polialfaolefinas, aceite de ricino y miristato de isopropilo. Preferentemente, el aceite es un aceite de triglicérido, más preferentemente un aceite de triglicérido cáprico/caprílico.

35 Se conocen muchos agentes emulsionantes para su uso en la polimerización en emulsión. Los agentes emulsionantes adecuados para su uso en el procedimiento de polimerización pueden comprender, pero no se limitan a, tensioactivos no iónicos, tales como polivinilpirrolidona (PVP), monolaurato de polietilenglicol sorbitán (Tween 20), monopalmitato de polietilenglicol sorbitán (Tween 40), monooleato de polietilenglicol sorbitán (Tween 80), alcohol polivinílico (PVA) y poli(etoxi)nonil fenol, copolímero de anhídrido maleico de etileno (EMA), Easy-Sperse™ (de ISP Technologies Inc.), tensioactivos iónicos, tales como sales parcialmente neutralizadas de ácidos poliacrílicos, tales como poliácridato de sodio o potasio o polimetacrilato de sodio o potasio. Brij™ -35, Hypermer™ A 60 o lignosulfato de sodio y mezclas de los mismos.

45 Los emulsionantes también pueden incluir, pero no se limitan a, copolímero de ácido acrílico-acrilato de alquilo, poli(ácido acrílico), ésteres grasos de polioxialquileno sorbitán, anhídridos de polialquileno co-carboxilo, anhídridos de polialquileno comaleicos, poli(metil vinil éter-co-anhídrido maleico), poli(anhídrido propilen-co-maleico), poli(butadieno co-anhídrido maleico) y poli (acetato de vinilo-co-anhídrido maleico), alcoholes polivinílicos, polialquilenglicoles, polioxialquilenglicoles y mezclas de los mismos.

50 Los agentes emulsionantes preferidos son etoxilatos de alcohol graso (particularmente de la clase Brij™), sales de sulfatos de éter (incluyendo SLES), sulfonatos y sulfatos de alquilo y alcarilo (que incluyen LAS y SDS) y sales cuaternarias catiónicas (incluyendo CTAC y CTAB).

Típicamente, estará presente un co-tensioactivo en la fase dispersa y en la partícula resultante. Los co-tensioactivos adecuados para su uso en la presente invención incluyen hexadecano, alcohol cetílico, peróxido de lauroilo, n-dodecil mercaptano, metacrilato de dodecilo, metacrilato de estearilo, poliestireno, polideceno, aceites minerales, miristato de isopropilo, benzoato de alquilo C₁₂-C₁₅ y metacrilato de polimetilo.

55 Los co-tensioactivos preferidos comprenden hexadecano, polideceno y miristato de isopropilo.

Como % en peso de la fase oleosa como un total, el co-tensioactivo es típicamente del 0 al 20 % en peso, preferentemente del 1 al 15 % en peso, más preferentemente del 2 al 12,5 % en peso.

5 En la técnica anterior, se ha sugerido que las paredes de cubierta de poliurea pura no son útiles debido a su permeabilidad inherente. Se enseña la inclusión de materiales, tales como carboximetil celulosa, en la pared como que son paredes de cubierta más complejas fabricadas a partir de mezclas de poliurea y otros polímeros. En la presente invención, es ventajoso que la pared de la cápsula sea de al menos el 95 % y preferente y sustancialmente del 100 % de poliurea. La permeabilidad de la cápsula se puede ajustar por el espesor de la pared y la elección de la amina o aminas e isocianato o isocianatos. En cuanto a algunas aplicaciones, por ejemplo, en el lavado de ropa, resulta deseable que algún agente beneficioso se escape de la cápsula antes de que se rompa. Cuando el agente 10 beneficioso es un perfume, esto puede aumentar la percepción de frescura cuando el lavado todavía está húmedo.

Tamaño de la microcápsula

15 Generalmente, las microcápsulas tendrán un diámetro promedio de aproximadamente 0,001 hasta aproximadamente 1000 micrómetros, preferentemente de aproximadamente 1 hasta aproximadamente 500 micrómetros, más preferentemente de aproximadamente 5 hasta aproximadamente 100 micrómetros y aún más preferentemente de aproximadamente 10 hasta aproximadamente 50 micrómetros. Estas dimensiones pueden desempeñar un papel importante en la capacidad de controlar la aplicación de la composición de microcápsulas en la práctica de la presente invención. El intervalo más amplio de tamaño de microcápsulas en cualquier condición sería de aproximadamente 0,001 hasta aproximadamente 1.000 micrómetros y un límite de tamaño de pulverización más fácil estaría entre aproximadamente 10 y aproximadamente 50 micrómetros.

20 Resulta deseable que una suspensión de microcápsulas contenga un dispersante también con el fin de prevenir la contaminación microbiana; resulta deseable que la composición de microcápsulas contenga un conservante. El conservante puede estar contenido en el material de núcleo y/o en el portador acuoso.

Usos de las microcápsulas y composiciones adecuadas

25 Las composiciones para su uso en la invención pueden contener uno o más ingredientes adicionales, además de las microcápsulas de poliurea con polímero de deposición de polisacárido no iónico. Estas pueden contener otros tipos de microcápsulas o microcápsulas similares con un agente beneficioso diferente en el interior.

Además de cualquier formulación de fragancia que pueda estar contenida dentro de las microcápsulas, una composición que comprende microcápsulas de la presente invención también puede contener perfume libre.

30 Las composiciones formuladas que comprenden las partículas de la invención pueden contener un compuesto tensioactivo (tensioactivo) que se puede seleccionar entre los compuestos tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos de jabón y sin jabón y mezclas de los mismos. Muchos compuestos tensioactivos adecuados están disponibles y se describen completamente en la literatura, por ejemplo, en "Surface-Active Agents and Detergents", Volúmenes I y II, de Schwartz, Perry y Berch. Los compuestos tensioactivos preferidos que se pueden usar son jabones y compuestos aniónicos y no iónicos sin jabón sintéticos.

35 Dependiendo del uso final de la composición que comprende las microcápsulas, se pueden usar otros materiales comúnmente hallados en tales composiciones, como es habitual. La única excepción principal es que la celulosa libre está preferentemente ausente de la composición, a menos que esté de alguna manera desactivada. La mananasa también se evita de manera deseable.

40 Tales ingredientes incluyen conservantes (por ejemplo, bactericidas), agentes tamponadores del pH, portadores de perfumes, agentes antirredeposición, agentes de liberación de suciedad, polielectrolitos, agentes antiencogimiento, agentes antiarrugas, antioxidantes, protectores solares, agentes anticorrosión, agentes que confieren drapeado, agentes antiestáticos, perlizadores y/u opacificantes, aceites/extractos naturales, adyuvantes de procesamiento, por ejemplo, electrolitos, agentes de higiene, por ejemplo, antibacterianos y antifúngicos, espesantes, agentes beneficiosos para la piel, colorantes, blanqueadores, abrillantadores ópticos, agentes de suspensión de suciedad, 45 enzimas deterativas, agentes blanqueadores compatibles (en particular, compuestos de peróxido y compuestos de liberación de cloro activo), agentes de control de gel, estabilizadores de congelación y descongelación, bactericidas, conservantes (por ejemplo, 1,2-bencisotiazolin-3-ona), hidrótopos, perfumes y mezclas de los mismos.

Las composiciones para su uso en la invención también pueden contener modificadores de pH, tales como ácido clorhídrico o ácido láctico.

50 Las composiciones del producto final de la invención pueden estar en cualquier forma física adecuada, por ejemplo, un sólido, tal como una barra sólida, una pasta; o un líquido o gel, preferentemente, un líquido a base de agua.

Los detergentes para el lavado de ropa, las composiciones de limpieza de la piel y los acondicionadores del cabello son composiciones preferidas para su uso con las microcápsulas.

55 Las microcápsulas se incluyen típicamente en composiciones a niveles del 0,01 % al 10 %, preferentemente del 0,5 % al 7 %, lo más preferentemente del 0,5 % al 5 % en peso de la composición total.

A continuación, la invención se describirá adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

Ejemplo 1 - Síntesis de microcápsula de poliurea con xiloglucano añadido en diversos tiempos de adición

5 Se sintetizaron varias microcápsulas de poliurea, por lo que el polímero de deposición de xiloglucano se añadió durante diversos tiempos de adición, una vez que el procedimiento de encapsulación había comenzado. Los materiales requeridos se dan en la Tabla 1 y los detalles de la composición se dan en la Tabla 2.

Tabla 1

Material	Proveedor	% de activo
Acetato de bencilo	Aldrich	>99 %
Hostasol de color amarillo 3G	Clariant	100 %
Poli(metileno(polifenil)isocianato)	Polysciences	100% de activo (30 % de isocianato)
LAS (sulfonato de alquil benceno lineal, sal de sodio)	Petrelabs	90 %
Diamina de hexametileno	Aldrich	98 %
Xiloglucano	DSP Gokyo Food y Chem. Co.	100 %

Tabla 2

Partículas sólidas (%) =	15
% de BA (en sólidos) =	89,6
% de Hostasol (en fase oleosa)=	0,02
% de PMPHI (en sólidos) =	7,2
%de HMDA (en sólidos) =	3,2
Peso total (g) =	200
% de XG (en sólidos) =	2,0

- 10 Las microcápsulas se fabricaron usando la siguiente síntesis:
- 1) Se disolvieron 0,0054 g de Hostasol de color amarillo 3G y 2,2 g de poli(metileno(polifenil)isocianato) en 26,9 g de acetato de bencilo (fase oleosa).
 - 15 2) Se disolvieron 0,77 g de LAS (sulfonato de alquil benceno lineal) en 100 ml de agua desionizada mediante agitación durante 30 minutos (fase acuosa).
 - 3) Se preparó una solución de xiloglucano al 1 % en peso (XG) por separado homogenizando (8.000 rpm) 5 g de XG en 495 g de agua destilada hervida durante 5 minutos y dejando enfriar antes de su uso.
 - 4) Las fases oleosa y acuosa se mezclaron y emulsionaron usando un homogenizador (5.000 rpm) durante 2 minutos (se tuvo cuidado de evitar la formación de espuma excesiva).
 - 20 5) Esta mezcla se agitó constantemente usando un agitador superior (200 rpm).
 - 6) Se añadió el agua para el ajuste de los sólidos (64,2 g para la muestra libre de XG y 4,2 g para todas las muestras que contenían XG).
 - 7) Después, se añadieron gota a gota 0,96 g de hexametildiamina disuelta en 5 g de agua desionizada.
 - 25 8) Se prepararon numerosas muestras, una en la que no se añadió solución de XG (control) y las otras en las que se añadieron 60 g de la solución al 1 % en peso de XG después de 7, 15, 30, 45 o 60 minutos.
 - 9) Se dejó que el curado de poliurea continuara a temperatura ambiente durante al menos 3 horas.

Ejemplo 2 - Evaluación de la deposición mediante agotamiento de fluorescencia

1) Preparación de soluciones madre de licor de lavado

Se preparó una solución madre de licor de lavado (10 veces) concentrada usando los materiales de la Tabla 3.

Tabla 3

Componente	Activo (%)	Cantidad (g)
LAS (sulfonato de alquil benceno lineal, sal de sodio)	90,0 %	5,5
Neodol 25-7	100,0 %	5,0
Na ₂ CO ₃	100,0 %	7,55
NaHCO ₃	100,0 %	2,42
Agua desionizada	N/A	979,5

2) Preparación del licor de lavado:

La solución madre de licor de lavado (10 ml) y agua desionizada (90 ml) se añadieron a una botella de plástico de 125 ml. Se obtuvieron 100 ml de solución tamponada de licor de lavado a pH 10,5 y que contenía 1 g/l de agente tensioactivo (50:50 de LAS: Neodol 25-7).

3) Lavado simulado:

Se añadieron 0,005 g (50 ppm en el licor de lavado) de partículas de microcápsulas a la botella de plástico que contenía el licor de lavado y se agitaron ligeramente para garantizar el mezclado. (Los lavados se realizaron por duplicado para cada muestra y se promediaron los resultados). Se tomó una alícuota de 5 ml de cada uno y la fluorescencia (excitación = 450 nm, emisión = 515, ancho de rendija = 15) se midió en una cubeta de 1 cm usando un fluorímetro (Perkin Elmer LS50). Este valor de fluorescencia representa el 100 % de partículas en la solución de lavado antes del procedimiento de lavado simulado.

Se colocó una sección de algodón sin fluorescer que medía 20 cm por 20 cm en cada botella de plástico que contenía el licor de lavado y las microcápsulas y se selló la botella.

Las botellas se agitaron a 40 °C y 150 rpm usando un baño de agua con agitador (Haake SWB25) durante 45 minutos para simular el lavado principal.

Los paños se retiraron a continuación y se exprimieron a mano y se tomó una alícuota de 5 ml del licor de lavado restante y se midió la fluorescencia (como anteriormente). Desde la interpolación de una curva de calibración de concentración frente a fluorescencia, la concentración de las microcápsulas que permanecen en el licor después del lavado puede determinarse y, por lo tanto, el porcentaje depositado (deposición de lavado) en el paño puede determinarse por diferencia.

Las botellas de plástico se enjuagaron vigorosamente y los paños "exprimidos" se volvieron a colocar en las botellas y se añadieron 100 ml de agua desionizada y se sellaron las botellas. Las botellas se agitaron después (150 rpm) en el baño de agua con agitador durante 10 minutos a temperatura ambiente (~20 °C) para simular un procedimiento de enjuague. Los paños, a continuación, se retiraron y exprimieron a mano. Se tomó una alícuota de 5 ml de la solución de enjuague y se determinó la fluorescencia como anteriormente. De nuevo, la interpolación de la gráfica de calibración permitió que se determinara la concentración de microcápsulas retiradas del paño durante el enjuague y, por sustracción del nivel depositado después del lavado principal, se determinó el porcentaje total de deposición.

El porcentaje de deposiciones (después del lavado principal y enjuague) para las muestras preparadas en el Ejemplo 1) se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4

	Enjuague Principal		Después de enjuague	
	Depo (%)	SD	Depo (%)	SD
Tiempo de adición de Poliurea - XG				
Control (sin XG)	58,4	5,0	44,5	5,6
Después de 7 min	69,9	5,3	46,4	13,2
Después de 15 min	83,1	3,0	72,6	0,1
Después de 30 min	79,9	1,9	69,5	3,1
Después de 45 min	86,3	4,4	73,3	1,2
Después de 60 min	85,3	1,1	69,0	2,8

Los resultados muestran que la deposición se mejora mediante la unión de xiloglucano y que, para una deposición máxima, el xiloglucano no debe añadirse hasta 15 minutos después de la reacción. Después de este tiempo, es posible añadir hasta una hora sin detrimento del rendimiento de la deposición.

Ejemplo 3 - Síntesis de la microcápsula de formaldehído de melamina comparativa

- 5 Se preparó un ejemplo comparativo preparado a niveles de composición equivalentes y un punto de tiempo de adición de xiloglucano de 15 minutos en la formación de microcápsulas, con la diferencia de que se usó formaldehído de melamina como material de cubierta (en lugar de poliurea) y la reacción se llevó a cabo a 75 °C durante 3 horas. Los detalles de la composición se dan en la Tabla 5 y los materiales usados en la Tabla 6.

Tabla 5

Partículas sólidas (%)	15,0
Acetato de bencilo (% en sólidos)	89,6
Hostasol (% en fase aceitosa)	0,02
Formaldehído de melamina (% en sólidos)	10,4
Xiloglucano (% en sólidos)	2,0
Peso total (g)	200

10

Tabla 6

Material	Proveedor	% de activo
Melamina	Aldrich	100 %
Solución de formaldehído (formalina)	Aldrich	37,0 %
Acetato de bencilo	Aldrich	>99 %
Cloruro de sodio	Aldrich	>99 %
Xiloglucano	DSP Gokyo Food y Chem. Co.	100 %
Ácido fórmico	Aldrich	>96 %
Carbonato de sodio	Aldrich	>99 %

Síntesis:

Síntesis de prepolímero de formaldehído de melamina

- 15 1) A un matraz de reacción de 250 ml se añadieron 19,5 g de formalina (37 % en peso de formaldehído acuoso) y 44 g de agua.
- 2) El pH de la solución se ajustó a 8,9 usando una solución acuosa de carbonato de sodio al 5 % en peso.
- 3) Se añadieron 10 g de melamina y 0,6 g de cloruro de sodio y la mezcla se agitó a 200 rpm usando un agitador superior.
- 20 4) La mezcla se calentó a 62 °C y se continuó la agitación hasta que la mezcla se volvió transparente (típicamente 1 hora). Esta solución contiene el 23,2 % en peso de trimetilol melamina y se denomina en lo sucesivo en el presente documento prepolímero (1).

Síntesis de microcápsulas de formaldehído de melamina injertada con xiloglucano

- 25 Se prepararon varias microcápsulas injertadas con xiloglucano que contenían el 2, 1 o 0,5 % de xiloglucano (en peso de partícula). Los pesos usados se dan en la Tabla 7.

Tabla 7

Material:	2 % de XG	1 % de XG	0,5 % de XG
Prepolímero (1)	13,4	13,4	13,4
Acetato de bencilo	26,9	26,9	26,9
Hostasol de color amarillo 3G	0,0054	0,0054	0,0054
Agua	99,7	129,7	144,7
Solución de Xiloglucano al 1 %	60,0	30,0	15,0

La solución de xiloglucano se preparó disolviendo 2 g de xiloglucano en 198 g de agua hervida, usando un homogenizador a 8.000 rpm durante 5 minutos y permitiendo que se enfriara antes de su uso.

- 5 1) El agua se añadió a un matraz de reacción de 250 ml y se calentó a 75 °C.
 2) Después se añadió el prepolímero (1) y el pH se ajustó a 4,1 usando ácido fórmico al 10 % en peso.
 3) Después de aproximadamente 1 minuto, la solución se volvió turbia.
 4) Después se usó un homogenizador (a 8.000 rpm) para agitar la mezcla lentamente añadiendo el acetato de bencilo durante ~30 segundos.
- 10 5) La mezcla se agitó a este régimen de cizallamiento durante otros 2 minutos.
 6) El recipiente de reacción, a continuación, se selló y se calentó con agitación superior (300 rpm) a 75 °C.
 7) La solución de xiloglucano se añadió después de 15 minutos.
 8) Se permitió que la reacción continuara durante un total de 3 horas.
 9) La mezcla se enfrió y se ajustó a pH 7 usando el 5 % en peso de carbonato de sodio
- 15 Las dispersiones finales fueron sólidos de partículas al 15 %, que consisten en aproximadamente el 10 % de cubierta de MF y el 90 % de acetato de bencilo, con el 2 al 0,5 % de XG (en sólidos de partículas) unidos.

Ejemplo 4 - Comparación del tamaño de partícula de las microcápsulas de formaldehído de melamina y poliurea injertadas con xiloglucano

20 Se midió el tamaño de partícula para ambas microcápsulas sintetizadas de poliurea (PU) y formaldehído de melamina (MF) (usando un Malvern Mastersizer 2000). Los resultados se dan en la Tabla 8.

Tabla 8

Nivel de XG (%)	Tamaño de partícula (0,5) micrómetros	
	PU	MF
2	15,6	139,1
1	14,9	20,7
0,5	14,9	17,3

La ruta de síntesis de PU genera partículas más pequeñas y permite la incorporación de niveles más altos de XG sin inducir la agregación y el aumento de tamaño de partícula.

25 **Ejemplo 5 - Comparación de estabilidad de líquido para el lavado de ropa de microcápsulas de formaldehído de melamina y poliurea injertadas con xiloglucano**

La estabilidad de las microcápsulas de PU y MF, como se usa en el Ejemplo 4, se compararon en un detergente líquido para el lavado de ropa no estructurado con la composición de la Tabla 9 (1 % en peso de microcápsulas añadidas).

30

Tabla 9

Componente	% de peso/peso
Monopropilenglicol	11
Glicerol	5

(continuación)

Componente	% de peso/peso
Monoetanolamina	7
Trietanolamina	2,5
Ácido cítrico	3,9
Neodol 25-7	4,6
Ácido LAS	8,8
Prifac 5908	3
Dequest 2010	1,5
SLES 3EO	6,8
EPEI (Sokalan HP 20)	3
Acusol OP301	0,1
Sulfito de sodio	0,25
Agua	al 100 %

5 Puede esperarse que la unión de un polisacárido no iónico a una microcápsula estabilice ligeramente una dispersión de las partículas. De manera sorprendente, el mismo polímero de deposición, cuando se añadió a microcápsulas de poliurea, dio una suspensión de las partículas visiblemente mucho más estable después de 3 días, mientras que las cápsulas de formaldehído de melamina correspondientes con el mismo nivel del mismo polímero de deposición unido visiblemente se sedimentaron fuera del detergente líquido mucho más durante el mismo periodo de tiempo.

Ejemplo 6 - Síntesis de la microcápsula de poliurea de perfume completa con hidroxipropil celulosa injertada

10 Este ejemplo detalla la producción de encapsulados de poliurea injertados con hidroxipropil celulosa (HPC) que contienen un perfume modelo (en lugar de acetato de bencilo solamente) y bajos niveles de hidroxipropil celulosa (0,3 % en peso de encapsulado). Los materiales usados son similares a los del Ejemplo 1, con la excepción de que el perfume AKK reemplaza al acetato de bencilo, la solución acuosa de alcohol polivinílico al 5 % reemplaza la solución LAS al 0,5 % y la solución acuosa de hidroxipropil celulosa al 1 % reemplaza la solución de XG al 1 %. Los nuevos detalles del material se dan en la Tabla 1 y los detalles de la composición se dan en la Tabla 2.

15

Tabla 10

Material	Proveedor	% de activo
Perfume AKK	Aldrich (para ingredientes) – Véase la Tabla 11 para la composición	100 %
Alcohol polivinílico (Mowiol 18-88)	Aldrich	100 %
Hidroxipropil celulosa (PM = 370 K)	Aldrich	100 %

Tabla 11 (Composición de perfume AKK)

% en peso	Ingrediente	CAS
6,66	Manzanato	39255-32-8
6,66	Aldehído C8	124-13-0
6,66	Tetra hidro linalol	78-69-3
6,66	Acetato de bencilo	140-11-4
6,66	Acetato de linalilo	115-95-7

(continuación)

% en peso	Ingrediente	CAS
11,7	OTBCA	88-41-5
1,66	Damascona, delta	57378-68-4
6,66	Aldehído c12	112-54-9
6,66	Acetato de verdilo	5413-60-5
6,66	Beta ionona	14901-07-6
6,66	Bangalol	28219-61-6
6,66	Iso E super (OTNE)	54464-57-2
6,66	Aldehído hexil cinámico	101-86-0
6,66	Ciclopentadecanolida	106-02-5
6,66	Fenil etil-2-fenilacetato	102-20-5

Los pesos y el procedimiento fueron idénticos a los dados en el Ejemplo 1. La solución de HPC se añadió 15 minutos después de que comenzara la reacción.

- 5 La dispersión final fue el 10 % de sólidos de partículas, que consistía en aproximadamente el 10 % de cubierta de PU y el 90 % de perfume AKK, con el 0,3 % de HPC (en sólidos de partículas) unidos.

Ejemplo 7 - Síntesis del encapsulado de formaldehído de melamina de perfume completo comparativo con hidroxipropil celulosa injertada

- 10 Se preparó un ejemplo comparativo preparado a niveles de composición equivalentes y un punto de tiempo de adición de HPC de 15 minutos en la formación de microcápsulas. Este ejemplo comparativo utiliza la cubierta de MF en lugar de poliurea. Los materiales usados fueron similares a los detallados en el Ejemplo 3, con la excepción de que el perfume AKK reemplaza al acetato de bencilo y la solución acuosa de hidroxipropil celulosa al 1 % reemplaza a la solución de XG al 1 %. Los nuevos detalles de material se dan en las Tablas 10 y 11.

Los pesos y el procedimiento fueron idénticos a los detallados en el Ejemplo 3.

- 15 La dispersión final fue del 10 % de sólidos de partículas, que consistía en aproximadamente el 10 % de cubierta de MF y el 90 % de perfume AKK, con el 0,3 % de HPC (en sólidos de partículas) unidos.

Ejemplo 8 - Comparación de la estabilidad de líquido para el lavado de ropa de las microcápsulas de poliurea y formaldehído de melanina injertadas con HPC

- 20 La estabilidad de las microcápsulas de PU y MF, como se describe en los Ejemplos 6 y 7, se comparó en un detergente líquido para el lavado de ropa no estructurado. Los niveles de inclusión y el procedimiento fueron idénticos a los detallados en el Ejemplo 5.

Se observó una clara diferencia en la estabilidad después de tres días:

el encapsulado de MF se había separado por completo de la fase y se había cremado hasta la parte superior de la solución, mientras que se mantenía la estabilidad con la variante de poliurea.

25 Ejemplos 9 a 15: Composiciones

Estos ejemplos muestran el uso de las microcápsulas de PU en composiciones para el lavado corporal del cabello y la piel y para el lavado de ropa. Los materiales usados se dan en la Tabla 12.

Tabla 12

Componente	Especificación
LAS	Ácido alquil benceno sulfónico lineal de Marlon AS3, a través de Huls
Na-PAS	Ácido alquil benceno sulfónico primario, neutraliza con NaOH
Dobanol 25-7	Alcohol etoxilado C12-15, 7E0, a través de Shell

(continuación)

Componente	Especificación
Zeolita	Wassalith P, a través de Degussa
STPP	Tripolifosfato de sodio, Thermphos NW, a través de Hoechst
Dequest 2066	Agente quelante de metal, a través de Monsanto
Lipolasa	Type 100L, a través de Novo
Savinasa 16L	Proteasa, a través de Novo
Sokalan CP5	Polímero formador de acrílico/maleico, a través de BASF
Polímero desfloculante	Polímero A-11 desvelado en el documento EP-A-346 995
SCMC	Carboximetil celulosa de sodio
Texapon N 701	Laureth sulfato de sodio, a través de Cognis
Polímero Aculyn 28 (20 %)	Carbómero, a través de Rohm and Haas
Tegobetaína CK	Betaína de cocoamidopropilo, a través de Goldschmidt
BF Jaguar C14	Cloruro de guar hidroxipropiltrimonio, a través de Aqualon
DC 1788	Dimeticonol (y) TEA-Dodecibencenosulfonato, a través de Dow Corning
Euperlan KE 4515	Diestearato de glicol y laureth sulfato de sodio, Betaína de cocoamidopropilo, a través de Cognis
BTAC	Genamin BTLF, Cloruro de behentrimonio, a través de Aako
Alcohol cetearílico	Lanette S3, a través de BASF
DC5 7134	Emulsión de silicona, a través de Dow Corning
Carbopol Aqua SF-1	Copolímero de acrilato, Lubrizol
SLES 1EO	Lauril éter sulfato de sodio (1EO), a través de BASF
Cocamida MEA	Monoetanolamina de cocamida, a través de Stepan
Versene XL100	Sal de tetrasodio de ácido etilendiaminotetraacético, a través de Dow Chemical
PPG-9	Polipropilenglicol, PM = 425 g, Dow Chemical
Detergentes para el lavado de ropa menores	Polímeros antirredeposición, depuradores de metal de transición, estabilizadores de blanqueamiento, fluorescentes, antiespumante, polímeros de inhibición de transferencia de color, enzimas, perfume

Ejemplo 9 - Polvo secado por pulverización

5 La Tabla 13 proporciona la composición de un polvo de detergente para el lavado de ropa secado por pulverización que contiene las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 13

Componente	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
Na PAS	11,5
Dobanol 25-7	6,3
Jabón	2,0

(continuación)

Componente	% de peso/peso
Zeolita	24,1
SCMC	0,6
Citrato de Na	10,6
Carbonato de Na	23,0
Poliacrilato de sodio (PM 1.300.000)	0,7
Dequest 2066	0,4
Sokalan CP5	0,9
Savinasa 16L	0,7
Lipolasa	0,1
Perfume	0,4
Agua/sales	Hasta 100 %

Ejemplo 10 - Detergente para el lavado de ropa granulado preparado mediante el procedimiento de secado sin pulverización

- 5 La Tabla 14 proporciona una composición de detergente para el lavado de ropa granular que contiene las microcápsulas de PU del Ejemplo 1, como se puede fabricar mediante una ruta sin torre.

Tabla 14

Componente	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
Na PAS	13,5
Dobanol 25-7	2,5
STPP	45,3
Carbonato de Na	4,0
Poliacrilamida (PM 5.500.000)	2,8
Silicato de Na	10,1
Perfume	1,0
Menores	1,5
Agua	Hasta 100 %

Ejemplo 11 - Líquido para el lavado de ropa isotrópico

- 10 La Tabla 15 proporciona una composición líquida para el lavado de ropa isotrópica que incorpora las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 15

Componente	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
Citrato de Na	10,7

(continuación)

Componente	% de peso/peso
Propilenglicol	7,5
Etilenglicol	4,5
Bórax	3
Savinasa 16L	0,3
Lipolasa	0,1
Dextrano (PM 800.000)	1,0
Monoetanolamina	0,5
Ácido cocograso	1,7
NaOH (50 %)	2,2
LAS	10,3
Dobanol25-7	6,3
LES	7,6
Perfume	1,0
Menores (ajustar pH a 7 con NaOH)	1,3
Agua	Hasta 100 %

Ejemplo 12- Líquido para el lavado de ropa estructurado

5 La Tabla 16 proporciona una composición de detergente para el lavado de ropa líquida estructurada que incorpora las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 16

Componente	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
LAS	16,5
Dobanol 25-7	9,0
Ácido oleico (Priolena 6907)	4,5
Zeolita	15,0
KOH (ácidos neutralizantes a pH 7)	8,5
Ácido cítrico	8,2
Polímero desfloculante	1,0
Proteasa	0,38
Lipolasa	0,2
Imacol C (a través de Clariant)	2,0
Perfume	1,0
Menores	0,4
Agua	Hasta 100 %

Ejemplo 13 - Champú de cabello

La Tabla 17 proporciona una composición de champú para el cabello que incorpora las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 17

Composición	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
Texapon N701	12,8
Polímero Aculyn 28 (20 %)	1,0
Tegobetaina CK	1,6
BF Jaguar C14	0,15
DC 1788	3,0
Emperlan KE 4515	2,5
Propilenglicol	0,25
Hidróxido de sodio	0,2
Perfume	2,0
Agua	Hasta 100 %

5

Ejemplo 14 - Acondicionador de cabello

La Tabla 16 proporciona una composición de acondicionador para el cabello que incorpora las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 16

Composición	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
BTAC	2,9
Alcohol cetearílico	4,0
DC5 7134	2,5
Perfume	1,0
EDTA	0,1
Cloruro de potasio	0,1
Agua	Hasta 100 %

10

Ejemplo 15 - Lavado corporal de la piel

La Tabla 17 proporciona una composición de lavado corporal de la piel que incorpora las microcápsulas de PU del Ejemplo 1.

Tabla 17

Composición	% de peso/peso
Microcápsulas de PU (del Ejemplo 1)	1,0
Carbopol Aqua SF-1	1,2
SLES 1EO	11,0
Cocamida MEA	1,0
EDTA	0,05
PPG-9	0,1
NaCl (solución al 25 %)	1,0
Perfume	1,0
NaOH (solución al 50 %)	0,01
Agua	Hasta 100 %

Los Ejemplos 9 a 15, como alternativa, se pueden formular usando la microcápsula injertada con HPC del Ejemplo 6.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que incluye un tensioactivo o material catiónico y al menos el 0,01 % en peso de microcápsulas que contienen un agente beneficioso dentro de una cubierta de poliurea **caracterizada porque** la poliurea tiene un polímero de deposición de polisacárido no iónico unido covalentemente a la misma.
- 5 2. Una composición según la reivindicación 1, que es una composición de detergente para el lavado de ropa que comprende al menos el 5 % en peso de tensioactivo aniónico.
3. Una composición según la reivindicación 1, que es una composición de limpieza de la piel o composición de champú para el cabello que comprende al menos el 2 % en peso de tensioactivo.
- 10 4. Una composición según la reivindicación 1, que es una composición de acondicionador de cabello que comprende al menos el 1 % en peso de material catiónico.
5. Una composición según cualquier reivindicación anterior, que comprende, adicionalmente, al menos el 0,1 % en peso de perfume.
- 15 6. Una composición según cualquier reivindicación anterior, en la que el polímero de deposición es un polisacárido no iónico seleccionado entre el grupo que consiste en manano, glucano, glucomanano, xiloglucano, hidroxialquil celulosa, dextrano, galactomanano y mezclas de los mismos.
7. Una composición según la reivindicación 6, en la que el polímero de deposición se selecciona entre el grupo que consiste en xiloglucano, galactomanano, dextrano e hidroxipropil celulosa.
8. Una composición según la reivindicación 7, en la que el polímero de deposición es xiloglucano o hidroxipropil celulosa.
- 20 9. Una composición según cualquier reivindicación anterior, en la que la relación en peso del polímero de deposición respecto a la cubierta de poliurea está en el intervalo de 1:500 a 1:2.
10. Una composición según cualquier reivindicación anterior, en la que los polisacáridos no iónicos tienen un peso molecular P_m de más de 40 kDa.
- 25 11. Una composición según cualquier reivindicación anterior, que comprende del 1 al 30 % en peso de cubierta de poliurea.
12. Una composición según cualquier reivindicación anterior, en la que los niveles del polímero de deposición son del 0,1 al 10 % en peso, en base al peso de la microcápsula.
13. Una composición según cualquier reivindicación anterior, en la que la poliurea se forma mediante la reacción de poli-isocianato y diamina.
- 30 14. Un procedimiento de fabricación de la microcápsula para su uso en la composición según cualquier reivindicación anterior, en el que el polisacárido no iónico se añade al menos 15 minutos después del comienzo del curado de la poliurea.