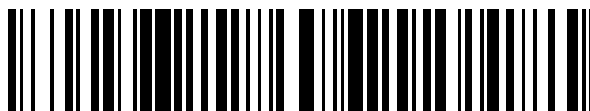


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 765 886**

51 Int. Cl.:

**A61K 8/11** (2006.01)  
**A61K 8/34** (2006.01)  
**A61K 8/84** (2006.01)  
**A61Q 5/02** (2006.01)  
**A61Q 19/10** (2006.01)  
**C11D 3/50** (2006.01)  
**A61Q 15/00** (2006.01)  
**A61Q 17/04** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.10.2013 PCT/US2013/064250**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2014 WO14059087**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.10.2013 E 13845516 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.12.2019 EP 2906180**

54 Título: **Deposición mejorada de etilvainillina o vainillina con microcápsulas friables**

30 Prioridad:

**12.10.2012 US 201261713016 P**

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

**11.06.2020**

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES  
INC. (100.0%)  
521 West 57th Street  
New York, NY 10019, US**

72 Inventor/es:

**BRAIN, JOSEPH;  
MUIR, ROBERT y  
HOPKINS, TAMARA, WYNN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 765 886 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

Deposición mejorada de etilvainillina o vainillina con microcápsulas friables

5 La encapsulación de materiales de fragancia y sabor proporciona ventajas al producto de fragancia/sabor incluyendo la protección de la fragancia/el sabor en el núcleo de la cápsula mediante una envuelta hasta que se pretenda aportar la fragancia/el sabor. En particular, a menudo las cápsulas están diseñadas para aportar su contenido en un momento deseado al estar comprometida la envuelta de la cápsula en el momento deseado.

10 La envuelta de la cápsula puede estar comprometida por diversos factores tales como la temperatura de modo que el contenido se aporte cuando la cápsula empiece a fundirse. Alternativamente, las cápsulas pueden estar comprometidas por fuerzas físicas, tales como trituración, u otros métodos que comprometen la integridad de la cápsula. Adicionalmente, el contenido de la cápsula se puede aportar mediante difusión a través de la pared de la cápsula durante un intervalo de tiempo deseado.

### Sumario de la Invención

15 La presente invención es un método para preparar una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina según se define en la reivindicación 1, comprendiendo el método: (a) mezclar etilvainillina o vainillina con microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas; y envejecer la mezcla de la etapa (a), preparando de ese modo una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina, en donde las microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas comprenden urea-formaldehído, melamina-formaldehído, fenol-formaldehído o amido-aldehído. También se proporciona una composición de envuelta-núcleo friable de etilvainillina o vainillina producida mediante el método. En otras realizaciones, la microcápsula de envuelta-núcleo friable también incluye un tensioactivo o disolvente, p. ej., un éster de triglicérido de una mezcla de ácido caprílico y ácido cáprico. También se proporcionan un producto de consumo lixiviable según se define en la reivindicación 11 y un método para depositar etilvainillina sobre una superficie usando el producto de consumo lixiviable según la reivindicación 12.

25 El documento US2011110997 describe una partícula que comprende un agente beneficioso y un material de pared que rodea al menos parcialmente al agente beneficioso. El documento US2010168251 describe microcápsulas de núcleo-envuelta que contienen etilvainillina o vainillina. El documento US6045835 describe un método para encapsular sabores y fragancias mediante transporte de agua controlado al interior de microcápsulas.

### Descripción Detallada de la Invención

35 La etilvainillina (C log P de 2,84) y la vainillina son ingredientes de fragancia relativamente hidrosolubles. Típicamente, la etilvainillina y la vainillina no se incluyen en grandes cantidades en un aceite puro de un acondicionador de tejidos debido a que no se depositarán sobre la tela y se eliminarán por lavado. Por otra parte, la etilvainillina y la vainillina no se encapsulan convencionalmente en microcápsulas al cargar una microcápsula preformada debido a que su naturaleza hidrosoluble hace que estas fragancias se fuguen de la microcápsula. Sin embargo, se ha encontrado ahora que la incorporación de etilvainillina o vainillina en una suspensión de melamina-formaldehído produce una microcápsula que permite que la etilvainillina o la vainillina se depositen sobre tela, a través de un producto lixiviable, para proporcionar la nota dulce de la vainilla en el estado seco del tejido. Por lo tanto, esta invención es un método según la reivindicación 1 para preparar una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina al combinar etilvainillina y/o vainillina con microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas y envejecer la mezcla durante un tiempo suficiente para que la etilvainillina/vainillina y las microcápsulas interactúen. La invención también es un producto de consumo lixiviable según la reivindicación 11 que contiene la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina/vainillina y un método según la reivindicación 12 para depositar etilvainillina y/o vainillina sobre una superficie a través de dicho producto de consumo lixiviable.

45 Según la preparación de microcápsulas de esta invención, se usa etilvainillina y/o vainillina como una fragancia pura en de aproximadamente 5% a aproximadamente 30% en peso de la fragancia pura. Más preferiblemente, la etilvainillina y/o la vainillina se usa en de aproximadamente 10% a aproximadamente 20% en peso de una fragancia pura. Para conseguir la concentración deseada de etilvainillina y/o vainillina, la etilvainillina y/o la vainillina se pueden proporcionar en un disolvente adecuado tal como dipropilenglicol (DPG).

55 Para producir la composición de la invención, etilvainillina y/o vainillina se combinan con la suspensión o formulación de microcápsulas de envuelta-núcleo friables y se envejecen, p. ej., durante al menos 24 horas, para formar microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina y/o vainillina. La etilvainillina y/o la vainillina pueden estar presentes en una concentración final de entre 0,05% y 20% en peso de la composición de microcápsulas. Más preferiblemente, la etilvainillina y/o la vainillina está presente en una en una concentración final de aproximadamente 0,05%, 0,1%, 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 3,0%, 4,0%, 5,0%, o hasta 20% en peso de la composición de microcápsulas.

En algunas realizaciones, combinaciones de diferentes ingredientes activos se pueden combinar en un sistema. Específicamente, dos fragancias separadas se pueden combinar en el mismo sistema para proporcionar un efecto de doble fragancia en el producto final. Por ejemplo, además de la etilvainillina o la vainillina, una segunda fragancia se puede encapsular en el núcleo de la microcápsula y/o proporcionar en la suspensión de microcápsulas de envuelta-núcleo friables. Otras fragancias adecuadas que se pueden combinar con la etilvainillina o la vainillina incluyen, pero no se limitan a, cumarina, salicilato de amilo, benzoato de bencilo, salicilato de bencilo, galaxólido, jasmonato de metilo y miristato de isopropilo.

Según se indica, las microcápsulas de esta invención son friables. La friabilidad se refiere a la propensión de las cápsulas a romperse o descomponerse cuando se someten a presiones externas o fuerzas de cizalladura directas. Para los propósitos de esta invención, una cápsula es "friable" si, mientras está ligada a una superficie tratada (p. ej., un tejido), la microcápsula se puede romper mediante las fuerzas encontradas cuando la superficie que contiene microcápsulas se manipula, p. ej., al usarse, manipularse o planchase liberando de ese modo el contenido de la microcápsula.

Las microcápsulas de la invención se pueden preparar usando una gama de métodos convencionales conocidos por los expertos en la técnica para elaborar microcápsulas de envuelta-núcleo friables, tales como polimerización interfacial y policondensación. Véanse, p. ej., la Patente de EE. UU. N° 3.516.941, la Patente de EE. UU. N° 4.520.142, la Patente de EE. UU. N° 4.528.226, la Patente de EE. UU. N° 4.681.806, la Patente de EE. UU. N° 4.145.184; el documento GB 2.073.132; el documento WO 99/17871; y Microencapsulation: Methods and Industrial Applications, Editado por Benita and Simon (Marcel Dekker, Inc. 1996). Ejemplos de materiales de envuelta friables adecuados para elaborar una envuelta friable de la microcápsula de esta invención incluyen urea-formaldehído, melamina-formaldehído, fenol-formaldehído, amido-aldehído. En realizaciones particulares, el material de envuelta friable comprende melamina reticulada con formaldehído.

Las microcápsulas de melamina-formaldehído se pueden preparar a partir de condensados de melamina-formaldehído catiónicos como los divulgados en la Patente de EE. UU. N° 3.074.845; microcápsulas de melamina-formaldehído de la Patente de EE. UU. N° 4.525.520; el precondensado de melamina-formaldehído liposoluble reticulado de la Patente de EE. UU. N° 5.011.634; un material de pared de la cápsula formado a partir de un complejo de precondensados de melamina-formaldehído catiónicos y aniónicos que a continuación se reticulan según se divulga en la Patente de EE. UU. N° 5.013.473; la química de la melamina-formaldehído que se divulga en GB 2 062 570 A; y cápsulas reticuladas con melamina-formaldehído como las divulgadas en la Patente de EE. UU. N° 4.001.140. La relación molar de formaldehído a melamina en las microcápsulas de esta invención puede ser de 2,30:5,50 o tan baja como 0,20:0,49 (Long, y cols. (2009) J. Mater. Chem. 19:6882-6887).

Métodos para preparar cápsulas con urea-formaldehído, urea-aldehído o amido-aldehído se divulgan, p. ej., en la Patente de EE. UU. N° 5.204.185, el documento EP 0 443 428 A2, la Patente de EE. UU. N° 3.516.941 y el documento EP 0 158 449 A1.

El diámetro exterior medio de la microcápsula resultante está en el intervalo de aproximadamente 0,01 micras a aproximadamente 1000 micras; preferiblemente de aproximadamente 0,05 micras a aproximadamente 100 micras y más preferiblemente de aproximadamente 2,0 micras a aproximadamente 20 micras. El grosor de la pared medio de la microcápsula resultante está en el intervalo de aproximadamente 0,001 micras a aproximadamente 100 micras; preferiblemente de aproximadamente 0,005 micras a aproximadamente 10 micras y más preferiblemente de aproximadamente 0,2 micras a aproximadamente 2,0 micras.

Además de las fragancias, las microcápsulas de envuelta-núcleo friables se pueden combinar con un emulsionante antes o después de combinar las mismas con etilvainillina o vainillina. Ejemplos de emulsionantes o tensioactivos adecuados incluyen, pero no se limitan a, lecitinas, ésteres de sacarosa, proteínas, gomas, extracto de quillay, saponinas, y similares.

Por otra parte, se puede usar una variedad de disolventes en combinación con la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de esta invención. El disolvente usado en combinación con la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables es preferiblemente un mono-, di- o tri-glicérido de ácido graso saturado o insaturado C<sub>4</sub>-C<sub>26</sub>, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo, adipato de diisodécilo, un polidimetilsiloxano líquido, un polidimetilciclosiloxano líquido, el éster metílico de ácido graso de soja, una mezcla de éster metílico de ácido graso de soja y miristato de isopropilo, siendo la relación en peso de ácido graso de soja:miristato de isopropilo de 2:1 a 20:1, y un aceite mineral compatible con la etilvainillina. Más preferiblemente, el disolvente es un triglicérido de ácido graso saturado o insaturado C<sub>4</sub>-C<sub>26</sub>. Lo más preferiblemente, el disolvente es el éster de triglicérido de una mezcla de ácido caprílico y ácido cáprico, disponible comercialmente como NEOBEE M-5 (Stepan Chemical Company). El C<sub>log10</sub>P del disolvente es mayor de 3,3, donde P es el coeficiente de reparto de n-octanol/agua del disolvente hidrófobo; preferiblemente mayor de aproximadamente 8 y lo más preferiblemente mayor de aproximadamente 10. En algunas realizaciones, las microcápsulas están suspendidas en un disolvente divulgado en la presente. En otras realizaciones, el disolvente está en el núcleo de la microcápsula. En realizaciones adicionales, el disolvente está en el núcleo y se usa para suspender las microcápsulas.

Una vez combinada y mezclada, la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina/vainillina se puede almacenar a continuación durante 24 horas o más y/o incorporar en un producto comercial lixiviable. Las microcápsulas se incorporan al producto comercial lixiviable a un nivel de entre 0,05% y 5% en peso del producto lixiviable. Más preferiblemente, las microcápsulas se incorporan en el producto comercial lixiviable en un nivel de aproximadamente 0,05%, 0,1%, 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 3,0%, 4,0% o 5,0% en peso del producto lixiviable.

Deseablemente, una vez que el producto comercial lixiviable se aplica a una superficie, la fragancia de etilvainillina y/o vainillina se libera. En efecto, según esta invención, cuando la etilvainillina y/o la vainillina se premezcla con una suspensión de microcápsulas de envuelta-núcleo friables, se observa una interacción con el material de envuelta friable que permite que la etilvainillina y/o la vainillina se deposite sobre una superficie, p. ej., tela, a través de un producto lixiviable, proporcionando de ese modo la nota dulce de vainilla en la fase húmeda, seca y de planchado.

La capacidad de las cápsulas de la invención para liberar etilvainillina y/o vainillina se puede analizar mediante técnicas convencionales. Por ejemplo, cuando el producto de consumo lixiviable es un acondicionador de tejidos, el acondicionador de tejidos se puede usar para lavar una carga de toallas en una lavadora de carga bien superior o bien frontal. A continuación, las toallas son evaluadas por expertos para determinar si antes del frotamiento la toalla contiene más etilvainillina/vainillina que si la etilvainillina/vainillina se usara como una fragancia pura en el acondicionador de tejidos. Un carácter dulce mejorado es la prueba de que la etilvainillina/vainillina está interactuando con la microcápsula de un modo que incrementa el rendimiento del ingrediente en comparación con etilvainillina/vainillina añadida como una fragancia pura a un acondicionador de tejidos.

De forma similar, la capacidad de la microcápsula para incrementar el rendimiento de etilvainillina/vainillina se puede determinar mediante la deposición de la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina/vainillina sobre un tejido, p. ej., en un acondicionador de tejidos, y el planchado del tejido. Si se observa un incremento del aroma en la fragancia en comparación con la fragancia pura, se considera que la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina/vainillina incrementa el rendimiento (p. ej., incrementa la deposición) del ingrediente de fragancia en un producto lixiviable.

Según esta invención, las composiciones de microcápsulas de etilvainillina/vainillina se pueden aplicar tópicamente a una variedad de superficies para aportar los ingredientes activos de la microcápsula. Por ejemplo, la microcápsula se puede aplicar a sustratos tales como tela, pelo y piel durante los procedimientos de lavado y enjuague. Según esto, las microcápsulas de esta invención son particularmente adecuadas para un producto lixiviable. Según se usa en el contexto de esta invención, se entiende que los productos lixiviables son los productos que se aplican durante un período dado y a continuación se retiran. Productos adecuados para esta invención son comunes en áreas tales como productos para lavar la ropa, e incluyen detergentes, acondicionadores de tejidos, almidón pulverizado, apresto pulverizado, ambientadores para tejidos, y similares; así como productos de cuidado personal que incluyen champús, enjuagues capilares, lavados corporales, jabones, antitranspirantes, desodorantes, protectores solares, repelentes de insectos, y similares. Estos productos emplean sistemas tensioactivos y emulsionantes que son muy conocidos. Por ejemplo, sistemas acondicionadores de tejidos se describen en las Patentes de EE. UU. N<sup>o</sup> 6.335.315, 5.674.832, 5.759.990, 5.877.145, 5.574.179; 5.562.849, 5.545.350, 5.545.340, 5.411.671, 5.403.499, 5.288.417, 4.767.547, 4.424.134. Detergentes para lavar la ropa líquidos que pueden usar la presente invención incluyen los sistemas descritos en las Patentes de EE. UU. N<sup>o</sup> 5.929.022, 5.916.862, 5.731.278, 5.565.145, 5.470.507, 5.466.802, 5.460.752, 5.458.810, 5.458.809, 5.288.431, 5.194.639, 4.968.451, 4.597.898, 4.561.998, 4.550.862, 4.537.707, 4.537.706, 4.515.705, 4.446.042 y 4.318.818. Champús y acondicionadores que pueden emplear la presente invención incluyen las Patentes de EE. UU. N<sup>o</sup> 6.162.423, 5.968.286, 5.935.561, 5.932.203, 5.837.661, 5.776.443, 5.756.436, 5.661.118, 5.618.523, 5.275.755, 5.085.857, 4.673.568, 4.387.090 y 4.705.681.

En algunas realizaciones, el agua de la composición de microcápsulas se puede retirar para proporcionar un producto final en forma de polvo. A este respecto, se pueden usar excipientes de pulverización secos en las presentes composiciones. Excipientes de pulverización secos incluyen, pero no se limitan a, carbohidratos tales como almidones y/o almidones hidrolizados químicamente modificados, gomas tales como goma arábiga, proteínas tales como proteína de suero, derivados de celulosa, arcillas, polímeros y/o copolímeros hidrosolubles sintéticos tales como polivinilpirrolidona, poli(alcohol vinílico). Los excipientes de pulverización líquidos pueden estar presentes en una cantidad de aproximadamente 1% a aproximadamente 50%, más preferiblemente de aproximadamente 5% a aproximadamente 20%.

Opcionalmente, se puede usar un agente de flujo libre (agente antiaglomerante). Agentes de flujo libre incluyen sílices que pueden ser hidrófobas (es decir, una superficie de silanol tratada con halogenosilanos, alcoxisilanos, silazanos, siloxanos, etc., tales como SIPERNAT D17, AEROSIL R972 y R974 (disponibles de Degussa), etc.) y/o hidrófilas tales como AEROSIL 200, SIPERNAT 22S, SIPERNAT 50S, (disponibles de Degussa), SYLOID 244 (disponible de Grace Davison). Los agentes de flujo libre pueden estar presentes en de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 10%, más preferiblemente de 0,5% a aproximadamente 5%.

También se pueden incluir humectantes y agentes de control/suspensión de la viscosidad adecuados adicionales y se divulgan en las Patentes de EE. UU. N° 4.428.869, 4.464.271, 4.446.032 y 6.930.078. Detalles de sílices hidrófobas como un vehículo de aporte funcional de materiales activos distintos del agente de flujo libre/antiaglomerante se divulgan en las Patentes de EE. UU. N° 5.500.223 y 6.608.017.

5 En otras realizaciones de la presente invención, la composición o el producto final puede estar en la forma de un aceite, un gel, una barra sólida, una loción, una crema, una leche, un aerosol, una pulverización, una espuma, un champú, un acondicionador capilar, una laca o un maquillaje.

10 En realizaciones que tratan de composiciones de microcápsulas secadas por pulverización, estas composiciones pueden incluir productos tales como un detergente para lavar la ropa, hojas para secadora acondicionadoras de tejidos, toallitas de limpieza en seco doméstica, un lavavajillas en polvo, paños para la limpieza del suelo o cualquier forma seca de productos de cuidado personal (p. ej., champú en polvo, acondicionador, lavado personal, desodorantes en polvo, polvos para los pies, jabón en polvo, polvos para bebés), etc. Debido a la alta concentración de fragancia y/o agente activo en los productos secados por pulverización de la presente invención, las características de los susodichos productos comerciales secos no se verán afectadas adversamente por una pequeña dosificación de los productos secados por pulverización.

La invención se describe con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

### 20 **Ejemplo 1: Nota Dulce de Premezcla de Etilvainillina Más Cápsulas Preformadas**

Se preparó una premezcla de etilvainillina/microcápsulas preformadas al mezclar un aceite de fragancia pura que contenía ingredientes de fragancia de etilvainillina y cumarina, tensioactivo y una suspensión acuosa de cápsulas preformadas durante un tiempo suficiente para crear una emulsión estable. La premezcla resultante se probó para asegurar el rendimiento. Para esta prueba, la premezcla se incorporó en un acondicionador de tejidos, una tela se lavó con el acondicionador de tejidos y la tela se evaluó en la fase seca (antes y después del frotamiento). Los resultados se compararon con una muestra de referencia en la que la fragancia pura y las microcápsulas se dosificaban individualmente directamente en la base del acondicionador de tejidos.

30 Durante una de estas pruebas, se apreció una interacción única etilvainillina/microcápsulas sobre la tela seca. Para ciertas microcápsulas, había una clara diferencia en el olor de las toallas lavadas tratadas con la muestra de referencia (fragancia pura y microcápsula añadidas separadamente) en comparación con una muestra de acondicionador de tejidos preparada como premezcla. Las toallas lavadas tratadas con la muestra preparada como premezcla contenían una fuerte nota dulce en la fase anterior al frotamiento y posterior al frotamiento.

35 Las pruebas se efectuaron basándose en extraer ingredientes específicos para determinar qué ingrediente estaba provocando esa fuerte nota dulce. La etilvainillina y la cumarina se excluían separadamente de la premezcla de microcápsulas. Las toallas se lavaron con la premezcla de microcápsulas que contenía o carecía de etilvainillina o cumarina. La nota dulce antes y después del frotamiento no estaba presente cuando la etilvainillina estaba ausente de la formulación. La premezcla de microcápsulas que contenía cumarina no proporcionaba el mismo resultado. Por lo tanto, se concluía que la etilvainillina provocaba este fenómeno.

### **Ejemplo 2: Rendimiento de la Premezcla de Etilvainillina Más Microcápsulas en un Acondicionador de Tejidos Diluido**

Se preparó una solución al 20% de etilvainillina al añadir 20 gramos de etilvainillina a DPG. Se preparó una premezcla de aceite puro/microcápsulas al añadir etilvainillina (concentración final de 0,1% o 1%) y tensioactivo a una suspensión acuosa de microcápsulas preformadas que contenían aceite Neobee, es decir, cápsulas esencialmente sin fragancia. La combinación se mezclaba suficientemente para crear una emulsión y se dejaba envejecer durante un mínimo de 24 horas. La premezcla de microcápsulas que contenía 0,1% o 1% de etilvainillina se combinó con un acondicionador de tejidos diluido en una cantidad final de 1,5%. También se prepararon muestras de referencia. Estas incluían la adición de microcápsulas sin fragancia a una base de acondicionador de tejidos diluida en una cantidad final de 1,43%; y la adición de microcápsulas sin fragancia + 0,07% de etilvainillina añadidas separadamente a un acondicionador de tejidos diluido en una cantidad final de 1,5%. Todas las preparaciones se envejecieron durante 3 horas, y se evaluaron con respecto a la intensidad de la fragancia. Este análisis indicaba que el modo en el que la etilvainillina se añadía a la base de acondicionador de tejidos marcaba una diferencia significativa en la intensidad de la fragancia. Cuando se creaba una premezcla de etilvainillina y microcápsulas y se envejecía la mezcla durante la noche, había una nota de vainilla dulce más fuerte en comparación con muestras en las que la etilvainillina y las cápsulas se añadían separadamente y directamente a la base.

### **Ejemplo 3: Comparación del Rendimiento de la Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas frente a Cápsulas con Núcleo de NEOBEE**

5 Se preparó una premezcla de microcápsulas al combinar 5,280 g de etilvainillina al 20% (en DPG), 0,285 g de NEOBEE, 0,143 g de TWEEN 20 y 94,292 g de una suspensión acuosa de microcápsulas preformadas con aceite NEOBEE en el núcleo. También se preparó una muestra de referencia, que incluía microcápsulas sin fragancia con aceite NEOBEE. Cada mezcla se envejeció durante 24 horas y se añadió a una base de acondicionador de tejidos diluida en 1,5% o 3,0% en peso. Los acondicionadores de tejidos resultantes se usaron para lavar y evaluar las toallas con respecto a la intensidad de fragancia en todas las fases de lavado. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 1.

TABLA 1

% En la Base	ID	Fuerza						Comentario
		Secado con calor		Secado en cuerda		Humedad	P.O.P.	
		Antes del Frotamiento	Después del Frotamiento	Antes del Frotamiento	Después del Frotamiento			
1,5	Muestra de Referencia	1,4	1,5	1,1	1,7	1,6	1,9	Base
3,0	Muestra de Referencia	1,3	1,4	1,2	1,9	1,7	2	Base
1,5	Microcápsulas con Fragancia	3,2	3,9	2,4	4	3,1	2,9	Base Muy Ligera de Vainilla Dulce
3,0	Microcápsulas con Fragancia	3,6	4,1	2,4	3,4	3,6	3,3	Vainilla Dulce

10 Este análisis indicaba que las toallas lavadas con acondicionador de tejidos que contenía la premezcla de etilvainillina/microcápsulas tenía una fuerza muy buena de fragancia antes y después del frotamiento. Las microcápsulas con NEOBEE no proporcionaban un beneficio de antes del frotamiento por sí mismas, pero cuando se premezclaban con las microcápsulas preformadas, se apreciaba un efecto explosivo después de frotar las toallas secas lavadas con este acondicionador de tejidos.

15 **Ejemplo 4: Eclosión de las Muestras Después del Planchado**

20 Se prepararon cuatro muestras en acondicionador de tejidos: microcápsulas (1,43% en peso) que contenían NEOBEE en el núcleo; solamente solución de etilvainillina (0,07% en peso); una premezcla de etilvainillina más microcápsula preformada con NEOBEE en el núcleo (1,5% en peso); y microcápsulas (1,43% en peso) + solución de etilvainillina (0,07% en peso) añadidas separadamente al acondicionador de tejidos. Cada muestra se usó para lavar y evaluar toallas. Cada muestra se evaluó en húmedo, secado con calor (antes y después del frotamiento) y secado en cuerda (antes y después del frotamiento) usando una escala de 0-5, siendo 0 lo más bajo y siendo 5 lo más alto en intensidad. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 2.

TABLA 2

Húmedo	Intensidad
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	0,81
Solamente Etilvainillina	1,31
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	2,31
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,34
<b>Antes del Frotamiento con Secado con Calor</b>	
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	1,38
Solamente Etilvainillina	1,53
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	2,50
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,50
<b>Después del Frotamiento con Secado con Calor</b>	
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	1,31
Solamente Etilvainillina	1,66
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	3,69
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,59

<b>Antes del Frotamiento con Secado en Cuerda</b>	
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	1,31
Solamente Etilvainillina	1,18
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	2,59
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,19
<b>Después del Frotamiento con Secado en Cuerda</b>	
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	1,19
Solamente Etilvainillina	1,06
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	4,19
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,50
<b>Eclosión Durante el Planchado</b>	
Solamente Microcápsulas con NEOBEE	2,00
Solamente Etilvainillina	1,88
Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	3,00
Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	1,55

En todas las fases la premezcla de etilvainillina/microcápsulas con NEOBEE sobrepasaba significativamente a todas las otras muestras, en particular en comparación con la etilvainillina y las microcápsulas con NEOBEE añadidas separadamente a la base.

**5 Ejemplo 5: Rendimiento de la Premezcla de Etilvainillina Más Microcápsulas en un Champú**

Se prepararon cuatro muestras en una base de champú: Microcápsulas (1,43% en peso) que contenían NEOBEE en el núcleo (Muestra 1); solamente solución de etilvainillina (0,07% en peso) (Muestra 2); una premezcla de etilvainillina más microcápsula preformada con NEOBEE en el núcleo (1,5% en peso) (Muestra 3); y microcápsulas (1,43% en peso) + solución de etilvainillina (0,07% en peso) añadidas separadamente al champú (Muestra 4). Cada muestra se usó para lavar y evaluar mechones de pelo. Cada muestra se evaluó en seco (antes y después del cepillado) usando la escala LMS de 0-30, siendo 0 la más baja y 30 la más alta en la intensidad de fuerza. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 3.

TABLA 3

Muestra	Descripción	Intensidad Media	
		Precepillado	Poscepillado
1	Solamente Microcápsulas con NEOBEE	2,98	4,00
2	Solamente Etilvainillina	3,87	4,32
3	Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	4,61	11,91
4	Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	3,74	4,37

La premezcla de etilvainillina/microcápsulas con NEOBEE mostraba un beneficio significativo en la fuerza en la fase posterior al cepillado frente a todas las otras muestras. Este análisis indicaba que cuando las cápsulas y la etilvainillina se premezclaban durante un mínimo de 24 horas, se produce una interacción que permite que la etilvainillina se deposite en productos lixiviables mejor que si se añadían separadamente a un producto.

**20 Ejemplo 6: Rendimiento de la Premezcla de Etilvainillina Más Microcápsulas en un Gel de Ducha**

Se prepararon dos muestras en un gel de ducha: una premezcla de etilvainillina más microcápsula preformada con NEOBEE en el núcleo (4,77% en peso) (Muestra 1); y microcápsulas (4,52% en peso) + solución de etilvainillina (0,24% en peso) añadidas separadamente al gel de ducha (Muestra 2). Las muestras se aplicaron a los antebrazos de los evaluadores de un modo aleatorio con un brazo teniendo la Muestra 1 y el otro teniendo la Muestra 2. Cada brazo se evaluó 5 horas después de la aplicación con respecto a antes y después del frotamiento usando una escala de 0-10, siendo 0 la más baja y siendo 10 la más alta en la intensidad. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 4.

TABLA 4

Muestra	Descripción	Intensidad Media	
		Antes del Frotamiento	Después del Frotamiento
1	Premezcla de Etilvainillina/Microcápsulas con NEOBEE	2,90	5,50
2	Etilvainillina y Microcápsulas con NEOBEE (separadamente)	2,60	2,80

En la fase de después del frotamiento, la premezcla de etilvainillina/microcápsulas con NEOBEE superaba significativamente a la etilvainillina y las microcápsulas con NEOBEE añadidas separadamente a la base.

5 **Ejemplo 7: Datos Analíticos de la Interacción Etilvainillina/Microcápsula**

Se preparó una mezcla al 1% de etilvainillina más microcápsulas con NEOBEE. Se usó análisis UV/VIS para medir la concentración inicial de la etilvainillina en la premezcla de etilvainillina/microcápsulas con NEOBEE en el momento 0. La suspensión se envejeció durante 3 y 4 semanas a temperatura ambiente y posteriormente se llevó a cabo un análisis UV/VIS para detectar la presencia de etilvainillina libre en la premezcla a lo largo del tiempo. Estas medidas mostraban que el nivel de etilvainillina libre disminuía a lo largo de ese período (Tabla 5).

10

TABLA 5

Tiempo de Envejecimiento	% de etilvainillina
Tiempo 0	1,1
3 Semanas	0,19
4 Semanas	0,16

Sin querer limitarse por una teoría, este análisis sugería que la etilvainillina no está migrando al interior de las cápsulas ni está ligada al exterior de la pared.

15



**REIVINDICACIONES**

1. Un método para preparar una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina que comprende:

(a) mezclar etilvainillina o vainillina con microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas; y

5 (b) envejecer la mezcla de la etapa (a), preparando de ese modo una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina,

en donde las microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas comprenden urea-formaldehído, melamina-formaldehído, fenol-formaldehído o amido-aldehído.

10 2. El método según la reivindicación 1, en el que las microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas tienen un diámetro exterior medio de 0,05 micras a 100 micras.

3. El método según la reivindicación 1, en el que las microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas comprenden un éster de triglicérido de una mezcla de ácido caprílico y ácido cáprico.

15 4. El método según la reivindicación 1, en el que la etilvainillina o la vainillina está presente en una concentración final de 0,05% a 20% en peso de la composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina.

20 5. El método según la reivindicación 1, en el que ninguna de las microcápsulas de envuelta-núcleo friables preformadas tiene fragancia y tienen un diámetro de 0,05 micras a 100 micras, y la etilvainillina o vainillina se añade en una concentración de entre 0,05% y 20% en peso de la composición de microcápsulas.

25 6. El método según la reivindicación 1, que comprende además combinar un tensioactivo con la mezcla de la etapa (a).

7. El método según la reivindicación 1, que comprende además combinar un disolvente con la mezcla de la etapa (a).

30 8. El método según la reivindicación 7, en el que el disolvente es dipropilenglicol.

9. Una composición de microcápsulas de envuelta-núcleo friables de etilvainillina o vainillina producida mediante el método según la reivindicación 1.

35 10. El método según la reivindicación 1, comprendiendo adicionalmente el método:

(c) combinar la mezcla envejecida de la etapa (b) con un producto de consumo lixiviable,

40 en el que las microcápsulas de envuelta-núcleo friables comprenden urea-formaldehído, melamina-formaldehído, fenol-formaldehído o amido-aldehído.

11. Un producto de consumo lixiviable preparado mediante el método según la reivindicación 10.

45 12. Un método para depositar etilvainillina o vainillina sobre una superficie, que comprende poner en contacto una superficie con el producto de consumo lixiviable según la reivindicación 11, depositando de ese modo etilvainillina o vainillina sobre la superficie.