

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 907 017**

51 Int. Cl.:

A01N 25/28	(2006.01) D06M 23/12	(2006.01)
A23L 27/00	(2006.01)	
A61K 9/50	(2006.01)	
B01J 13/14	(2006.01)	
B01J 13/20	(2006.01)	
C11D 3/37	(2006.01)	
C11D 17/00	(2006.01)	
C11D 3/50	(2006.01)	
C12N 9/10	(2006.01)	
D06M 13/00	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.05.2018** **E 18173618 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.01.2022** **EP 3425036**

54 Título: **Microcápsulas de polietilenoimina ramificada**

30 Prioridad:

30.05.2017 US 201715607922

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.04.2022

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**POPPLEWELL, LEWIS MICHAEL;
LEI, YABIN;
BRAHMS, JOHN;
XU, LI y
FEI, XIANG**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 907 017 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 de polietilenoimina ramificada

5 Antecedentes

La nano- o microencapsulación se usa en una diversidad de diferentes aplicaciones donde hay una necesidad de suministrar, aplicar o liberar una fragancia u otro material en todas las fases de uso de una manera retardada o controlada en el tiempo.

10 Se han desarrollado microcápsulas de aminoplasto y poliurea para proporcionar buen funcionamiento en aplicaciones de lavado de ropa. Véanse los documentos US 6.261.483, US 2014/0287008 y WO 2015/023961. La preparación de una microcápsula de aminoplasto casi siempre implica el uso de formaldehído. Una microcápsula de poliurea se prepara típicamente a partir de un poliisocianato. El formaldehído y poliisocianato sin reaccionar inevitablemente permanecen en el producto final. Debido a las preocupaciones reguladoras y/o ambientales, es deseable reducir o evitar el uso tanto de formaldehído como de poliisocianato.

En un esfuerzo por eliminar el uso de formaldehído, los documentos US 8.835.002 y US 2014/0322283 describen una microcápsula esencialmente exenta de formaldehído preparada a partir de melamina. Sin embargo, su funcionamiento o estabilidad es problemática en determinadas aplicaciones.

Se describen microcápsulas obtenidas por coacervación de polietilenoimina ramificada (BPEI) con polímero aniónico en los documentos US 2016/158121 y WO 2016/054351.

25 Hay una necesidad de desarrollar una microcápsula con alto rendimiento y estabilidad para suministrar y liberar una fragancia de una manera controlada.

Sumario

30 Esta invención se basa en el descubrimiento de que las microcápsulas de polietilenoimina ramificada ("BPEI") muestran alto rendimiento y gran estabilidad.

Por consiguiente, un aspecto de esta invención se refiere a una microcápsula que comprende un núcleo de aceite y una pared de microcápsula que encapsula el núcleo de aceite, en la que el núcleo de aceite contiene un material activo, la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es un producto de reacción de (i) una polietilenoimina ramificada, una mezcla de la polietilenoimina ramificada y una amina polifuncional, o una mezcla de la polietilenoimina ramificada y un alcohol polifuncional, y (ii) un reticulante de carbonilo, o una mezcla de un reticulante de carbonilo y un poliisocianato, el reticulante de carbonilo tiene un primer grupo funcional y un segundo grupo funcional, el primer grupo funcional es un grupo electrófilo de carbonilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional, el segundo grupo funcional es un grupo electrófilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional, la polietilenoimina ramificada tiene un peso molecular de 750 a 50 000 dalton, el reticulante de carbonilo tiene un peso molecular de 50 a 2500 dalton, la relación molar entre la polietilenoimina ramificada y el reticulante de carbonilo es de 1:20 a 20:1, el primer grupo funcional es formilo, un grupo haluro de acilo, un grupo anhídrido carboxílico, y el segundo grupo funcional es formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo haluro de alquilo, un grupo epóxido, un grupo aziridina, un grupo oxetano, un grupo azetidina, un grupo haluro de sulfonilo, un grupo clorofosfato, un grupo isocianato, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo nitrilo α,β -insaturado o un grupo metanosulfonilo α,β -insaturado.

50 El material activo puede ser una fragancia, profragancia, aroma, vitamina o derivado de la misma, agente neutralizante del mal olor, agente antiinflamatorio, fungicida, anestésico, analgésico, activo antimicrobiano, agente antivírico, agente antiinfeccioso, agente antiacné, agente iluminador de la piel, repelente de insectos, emoliente, agente hidratante de la piel, agente de control de las arrugas, agente de protección UV, activo suavizante para ropa, activo limpiador de superficies duras, agente acondicionador de la piel o el cabello, repelente de insectos, repelente de animales, repelente de parásitos, ignirretardante, agente antiestático, sólido inorgánico de tamaño nanométrico a micrométrico, partícula polimérica o elastomérica, y combinaciones de los mismos.

En algunas realizaciones, la relación molar entre la BPEI y el reticulante de carbonilo es de 1:10 a 1:1).

60 En algunas realizaciones, el reticulante de carbonilo tiene un peso molecular de 55 a 2000 dalton.

En algunas realizaciones, el reticulante de carbonilo tiene al menos dos grupos formilo. Ejemplos incluyen dialdehídos tales como glioxal, 1,3-propanodialdehído, 1,4-butanodialdehído, 1,5-pentanodialdehído y 1,6-hexanodialdehído, aldehído de almidón y combinaciones de los mismos.

65

En una realización, la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es el producto de reacción de (i) la polietilenoimina ramificada y (ii) el reticulante de carbonilo.

5 En otra realización, la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es el producto de reacción de (i) la polietilenoimina ramificada y (ii) la mezcla del reticulante de carbonilo y el poliisocianato.

10 En cualquiera de las microcápsulas descritas anteriormente, también puede incluirse un auxiliar de depósito. Ejemplos no limitantes del auxiliar de depósito son policuaturnio-4, policuaturnio-5, policuaturnio-6, policuaturnio-7, policuaturnio-10, policuaturnio-16, policuaturnio-22, policuaturnio-24, policuaturnio-28, policuaturnio-39, policuaturnio-44, policuaturnio-46, policuaturnio-47, policuaturnio-53, policuaturnio-55, policuaturnio-67, policuaturnio-68, policuaturnio-69, policuaturnio-73, policuaturnio-74, policuaturnio-77, policuaturnio-78, policuaturnio-79, policuaturnio-80, policuaturnio-81, policuaturnio-82, policuaturnio-86, policuaturnio-88, policuaturnio-101, polivinilamina, polietilenoimina, copolímero de polivinilamina y vinilformamida, y cualquier combinación de los mismos.

15 Otro aspecto de esta invención se refiere a un método para preparar una microcápsula como se define en la reivindicación 1, comprendiendo el método: (a) proporcionar una emulsión de aceite en agua que contiene (i) una polietilenoimina ramificada, una mezcla de la polietilenoimina ramificada y una amina polifuncional, o una mezcla de la polietilenoimina ramificada y un alcohol polifuncional, (ii) un reticulante de carbonilo, o una mezcla del reticulante de carbonilo y un poliisocianato, (iii) una fase oleosa que tiene un material activo, y (iv) una fase acuosa que tiene un
20 auxiliar de formación de microcápsula y agua, (b) provocar la formación de un precursor de microcápsula que tiene un núcleo de aceite que contiene el material activo y una pared de microcápsula que se forma de un polímero encapsulante, y (c) curar el precursor de microcápsula para obtener una suspensión de microcápsula que contiene la microcápsula, en el que el reticulante de carbonilo contiene un primer grupo funcional y un segundo grupo funcional, el primer grupo funcional es un grupo electrófilo de carbonilo, el segundo grupo funcional es un grupo electrófilo, la polietilenoimina ramificada tiene un peso molecular de 750 a 25 000, el reticulante de carbonilo tiene un peso molecular de 50 a 2500, la relación molar entre la amina polifuncional y el reticulante de carbonilo es de 1:20 a 20:1, el primer grupo funcional es formilo, un grupo haluro de acilo, un grupo anhídrido carboxílico, el segundo grupo funcional es formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo haluro de alquilo, un grupo epóxido, un grupo aziridina, un grupo oxetano, un grupo azetidina, un grupo haluro de sulfonilo, un grupo clorofosfato, un grupo isocianato, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo nitrilo α,β -insaturado o un grupo metanosulfonilo α,β -insaturado, el auxiliar de formación de microcápsula es polivinilpirrolidona, poli(alcohol vinílico), poli(sulfonato de estireno), carboximetilcelulosa, sal sódica de condensado de naftalenosulfonato, copolímero de etileno y anhídrido maleico, un alginato, ácido hialurónico, poli(ácido acrílico), carboximetilcelulosa, copolímeros de ácido acrílico y acrilamida, copolímero de acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio, terpolímeros de (ácido acrílico, acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio), polímeros de poli(acetato de vinilo) parcial o completamente hidrolizado o una combinación de los mismos, y el precursor de microcápsula se cura a una temperatura de 20 a 250 °C.

40 En una realización, el precursor de microcápsula se cura a una temperatura de 35 a 145 °C.

En una realización, el método incluye además alguna o cualquier combinación de las siguientes etapas: (i) añadir un auxiliar de depósito a la suspensión de microcápsula, (ii) lavar la suspensión de microcápsula con agua, (iii) secar por pulverización la suspensión de microcápsula para obtener la microcápsula en una forma de polvo.

45 También además dentro del alcance de esta invención están productos de consumo que contiene cualquiera de las microcápsulas descritas anteriormente. Los productos de consumo incluyen productos de cuidado del cabello tales como champús y acondicionadores del cabello, productos de cuidado personal, por ejemplo, pastillas de jabón, productos de cuidado de la ropa incluyendo detergentes, suavizantes para la ropa, eliminador de olores para tejidos y similares, y productos de cuidado para el hogar.

50 Todas las partes, porcentajes y proporciones mencionados en este documento y en las reivindicaciones son en peso salvo que se indique de otro modo.

Los términos "cápsula" y "microcápsula" en este documento se usan indistintamente.

55 Las expresiones "isocianato polifuncional", "isocianato multifuncional" y "poliisocianato" se refieren todas a un compuesto que tiene dos o más grupos isocianato (-NCO).

60 Las expresiones "amina polifuncional", "amina multifuncional" y "poliamina" se refieren a un compuesto que contiene dos o más grupos amina primaria o secundaria. Estas expresiones también se refieren a un compuesto que contiene uno o más grupos amina primaria/secundaria y uno o más grupos hidroxilo (-OH).

Las expresiones "alcohol polifuncional", "alcohol multifuncional", "polialcohol" y "poliol" se refieren a un compuesto que tiene dos o más grupos hidroxilo.

65

La expresión "electrófilo de carbonilo" se refiere a un resto químico que tiene un grupo carbonilo que está fijado a un centro rico en electrones y puede recibir un par de electrones para hacer un nuevo enlace covalente.

5 El término "carbonilo" se refiere a $-C(O)-$. Ejemplos incluyen formilo, ceto, carboxilo, éster carboxilato, haluro de acilo, amida y anhídrido carboxílico.

El término "formilo" se refiere a $-C(O)H$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

10 El término "ceto" se refiere a $-C(O)-$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

El término "carboxilo" se refiere a $-C(O)OH$ o $-C(O)O^-$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

15 La expresión "éster carboxilato" se refiere a $-C(O)OR^a$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo, en que R^a es un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

La expresión "haluro de acilo" se refiere a $-C(O)X$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo, en que X es F, Cl, Br o I, preferiblemente Cl o Br.

20 El término "amida" se refiere a $-C(O)NR^bR^c$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo, en que cada uno de R^b y R^c , independientemente, es un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

La expresión "anhídrido carboxílico" se refiere a $-C(O)OC(O)-$ que conecta con dos grupos alifáticos, heteroalifáticos, arilo o heteroarilo.

25 La expresión "haluro de alquilo" se refiere a $-R^dX$, en que R^d es alquilo y X es F, Cl, Br o I (preferiblemente Cl o Br).

El término "epóxido" se refiere a un anillo de tres miembros formado de dos átomos de carbono y un átomo de oxígeno.

30 El término "aziridina" se refiere a un anillo de tres miembros formado de dos átomos de carbono y un átomo de nitrógeno.

El término "oxetano" se refiere a un anillo de cuatro miembros formado de tres átomos de carbono y un átomo de oxígeno.

35 El término "azetidina" se refiere a un anillo de cuatro miembros formado de tres átomos de carbono y un átomo de nitrógeno.

40 El término "haluro de sulfonilo" se refiere a $-SO_2X$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo, en que X es F, Cl, Br o I (preferiblemente Cl o Br).

El término "clorofosfato" se refiere a $-OP(O)(Cl)O-$ que conecta con dos grupos alifáticos, heteroalifáticos, arilo o heteroarilo.

45 El término "isocianato" se refiere a $-NCO$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

La expresión "carbonilo α,β -insaturado" se refiere a $-CR^e=CR^f-C(O)-$, en que CR^e conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo; $C(O)-$ conecta con H, grupo alifático, heteroalifático, arilo, heteroarilo, alcoxi o amino; y cada uno de R^e y R^f , independientemente, es grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

50 La expresión "nitrilo α,β -insaturado" se refiere a $-CR^g=CR^h-CN$, en que CR^g conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo; y cada uno de R^g y R^h , independientemente, es grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

55 La expresión "metanosulfonilo α,β -insaturado" se refiere a $-CR^i=CR^i-SO_2CH_3$ que conecta con un grupo alifático, heteroalifático, arilo o heteroarilo.

El término "alifático" en este documento se refiere a un resto hidrocarbonado saturado o insaturado, lineal o ramificado, acíclico, cíclico o policíclico. Ejemplos incluyen, aunque sin limitación, restos alquilo, alquileno, alquenilo, alquenileno, alquinilo, alquinileno, cicloalquilo, cicloalquileno, cicloalquenilo, cicloalquenileno, cicloalquinilo y cicloalquinileno. El término "alquilo" o "alquileno" se refiere a un resto hidrocarbonado saturado, lineal o ramificado, tal como metilo, metileno, etilo, etileno, propilo, propileno, butilo, butilenos, pentilo, pentileno, hexilo, hexileno, heptilo, heptileno, octilo, octileno, nonilo, nonileno, decilo, decileno, undecilo, undecileno, dodecilo, dodecileno, tridecilo, tridecileno, tetradecilo, tetradecileno, pentadecilo, pentadecileno, hexadecilo, hexadecileno, heptadecilo, heptadecileno, octadecilo, octadecileno, nonadecilo, nonadecileno, icosilo, icosileno, triacontilo y triacotileno. El término "alquenilo" o "alquenileno" se refiere a un resto hidrocarbonado lineal o ramificado que contiene al menos un doble enlace, tal como

-CH=CH-CH₃ y -CH=CH-CH₂-. El término "alquinilo" o "alquinileno" se refiere a un resto hidrocarbonado lineal o ramificado que contiene al menos un triple enlace, tal como -C≡C-CH₃ y -C≡C-CH₂-. El término "cicloalquilo" o "cicloalquileno" se refiere a un resto hidrocarbonado saturado, cíclico, tal como ciclohexilo y ciclohexileno. El término "cicloalquenilo" o "cicloalquenileno" se refiere a un resto hidrocarbonado no aromático, cíclico que contiene al menos un doble enlace, tal como ciclohexenilo, ciclohexenileno. El término "cicloalquinilo" o "cicloalquinileno" se refiere a un resto hidrocarbonado no aromático, cíclico que contiene al menos un triple enlace, ciclooctinilo y ciclooctinileno.

El término "heteroalifático" en este documento se refiere a un resto alifático que contiene al menos un heteroátomo seleccionado de N, O, P, B, S, Si, Sb, Al, Sn, As, Se y Ge.

El término "arilo" en este documento se refiere a un sistema de anillo aromático C₆ monocíclico, C₁₀ bicíclico, C₁₄ tricíclico, C₂₀ tetracíclico o C₂₄ pentacíclico. Ejemplos de grupos arilo incluyen, aunque sin limitación, fenilo, fenileno, naftilo, naftileno, antracenilo, antracenileno, pirenilo y pirenileno. El término "heteroarilo" en este documento se refiere a un sistema de anillo aromático de 5-8 miembros monocíclico, 8-12 miembros bicíclico, 11-14 miembros tricíclico y 15-20 miembros tetracíclico que tiene uno o más heteroátomos (tales como O, N, S o Se). Ejemplos de grupos heteroarilo incluyen, aunque sin limitación, furilo, furileno, fluorenilo, fluorenileno, pirrolilo, pirrolileno, tienilo, tienileno, oxazolilo, oxazolileno, imidazolilo, imidazolileno, bencimidazolilo, bencimidazolileno, tiazolilo, tiazolileno, piridilo, piridileno, pirimidinilo, pirimidinileno, quinazolinilo, quinazolinileno, quinolinilo, quinolinileno, isoquinolilo, isoquinolileno, indolilo y indolileno.

Salvo que se especifique de otro modo, alifático, heteroalifático, oxialifático, alquilo, alquileno, alquenilo, alquenileno, alquinilo, alquinileno, cicloalquilo, cicloalquileno, cicloalquenilo, cicloalquenileno, cicloalquinilo, cicloalquinileno, heterocicloalquilo, heterocicloalquileno, heterocicloalquenilo, heterocicloalquenileno, arilo y heteroarilo mencionados en este documento incluyen tanto restos sustituidos como no sustituidos. Posible sustituyentes en cicloalquilo, cicloalquileno, cicloalquenilo, cicloalquenileno, cicloalquinilo, cicloalquinileno, heterocicloalquilo, heterocicloalquileno, heterocicloalquenilo, heterocicloalquenileno, arilo y heteroarilo incluyen, aunque sin limitación, alquilo C₁-C₁₀, alquenilo C₂-C₁₀, alquinilo C₂-C₁₀, cicloalquilo C₃-C₂₀, cicloalquenilo C₃-C₂₀, heterocicloalquilo C₃-C₂₀, heterocicloalquenilo C₃-C₂₀, alcoxi C₁-C₁₀, arilo, ariloxi, heteroarilo, heteroariloxi, amino, alquilamino C₁-C₁₀, dialquilamino C₂-C₂₀, arilamino, diarilamino, alquilsulfonamino C₁-C₁₀, arilsulfonamino, alquilimino C₁-C₁₀, arilimino, alquilsulfonimino C₁-C₁₀, arilsulfonimino, hidroxilo, halo, tio, alquiltio C₁-C₁₀, ariltio, alquilsulfonilo C₁-C₁₀, arilsulfonilo, acilamino, aminoacilo, aminotioacilo, amido, amidino, guanidina, ureido, tioureido, ciano, nitro, nitroso, azido, acilo, tioacilo, aciloxi, carboxilo y éster carboxílico. Por otro lado, posibles sustituyentes en alifático, heteroalifático, oxialifático, alquilo, alquileno, alquenilo, alquenileno, alquinilo y alquinileno incluyen todos los sustituyentes indicados anteriormente excepto alquilo C₁-C₁₀. Cicloalquilo, cicloalquileno, cicloalquenilo, cicloalquenileno, heterocicloalquilo, heterocicloalquileno, heterocicloalquenilo, heterocicloalquenileno, arilo y heteroarilo también pueden fusionarse entre sí.

Los detalles de una o más realizaciones de la invención se exponen en la descripción a continuación. Otros rasgos característicos, objetos y ventajas de la invención serán evidentes a partir de la descripción y las reivindicaciones.

Descripción detallada

Se ha descubierto que las microcápsulas de BPEI son adecuadas para suministrar materiales activos tales como fragancias en productos de consumo.

Estas microcápsulas de BPEI encuentran su utilidad en una amplia gama de aplicaciones de consumo, por ejemplo, productos de cuidado personal incluyendo champús, acondicionadores para el cabello, enjuagues para el cabello, limpiadores en seco para el cabello; productos de lavado personal tales como pastillas de jabón, gel corporal, limpiadores y desinfectantes personales, formulaciones hidroalcohólicas; productos de cuidado de la ropa tales como eliminadores de olores para tejidos, suavizantes y toallitas para la secadora, agua de planchado, limpiadores industriales, detergente líquido y en polvo incluyendo cápsulas monodosis, acondicionadores de aclarado y productos potenciadores de perfume; fragancias finas; productos de Eau De Toilette; desodorantes; productos de aplicador de bola y productos de aerosol.

Las microcápsulas de BPEI preferiblemente tienen un tamaño en el intervalo de 0,01 a 1000 micrómetros de diámetro (por ejemplo, de 0,5 a 1000 micrómetros, de 1 a 200 micrómetros, de 0,5 a 150 micrómetros, de 0,1 a 100 micrómetros, de 2 a 50 micrómetros, de 5 a 25 micrómetros, de 2 a 15 micrómetros, y de 1 a 10 micrómetros). La distribución de la cápsula puede ser estrecha, ancha o multimodal.

Las microcápsulas de BPEI de esta invención incluyen cada una un núcleo de aceite y una pared de cápsula que encapsula el núcleo de aceite.

El núcleo de aceite contiene un material activo, que es preferiblemente una fragancia, aroma, agente neutralizante del mal olor, un activo cosmético o una combinación de los mismos. El material activo puede estar presente a un nivel de un 5 a un 95 % (preferiblemente de un 20 a un 90 % y más preferiblemente de un 40 a un 85 %) en peso de la microcápsula.

En un aspecto, la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es un producto de reacción de una BPEI y un reticulante de carbonilo.

La BPEI puede usarse exenta de cualquier otra poliamina o polialcohol. También puede usarse junto con una o más poliaminas y/o polialcoholes.

El reticulante de carbonilo puede usarse por sí mismo. También puede usarse junto con uno o más poliisocianatos y/o uno o más reticulantes de carbonilo distintos.

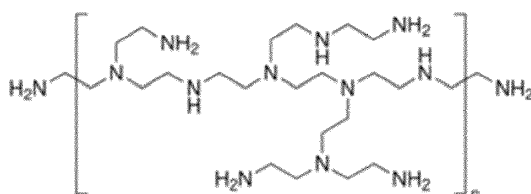
En otro aspecto, la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es un agregado de una BPEI. En algunas realizaciones, la agregación consiste esencialmente en BPEI, por ejemplo, ajustando el pH de la solución de BPEI para que se parezca a un agregado para encapsular el núcleo de aceite.

En otras realizaciones, el agregado se forma cuando se añade un auxiliar de formación de agregado a BPEI para formar el agregado. En estas realizaciones, el agregado contiene BPEI y un auxiliar de formación de agregado. Los auxiliares de formación de agregado adecuados incluyen cationes solubles en agua, aniones solubles en agua y una transglutaminasa. Los auxiliares de formación de agregado preferidos son la transglutaminasa, aniones multivalentes solubles en agua (por ejemplo, sulfato, carbonato y fosfato) y polímeros aniónicos (tales como un alginato, poli(sulfonato de estireno), ácido hialurónico, poli(ácido acrílico), carboximetilcelulosa, gelatina y combinaciones de los mismos).

Algunos de los componentes anteriores se describen en detalle a continuación.

BPEI

La estructura de BPEI representativa se muestra a continuación:



en que n es un número entero de 1 a 20 000 (por ejemplo, de 1 a 10 000, de 2 a 5000 y de 2 a 1000). La BPEI para su uso en esta divulgación preferiblemente tiene un peso molecular de 500 a 5 000 000 dalton (por ejemplo, de 500 a 1 000 000 dalton, de 750 a 500 000 dalton, de 750 a 100 000 dalton y de 750 a 50 000 dalton).

Las BPEI están disponibles en el mercado de Sigma-Aldrich (St. Louis, MO; peso molecular promedio de 25 000 dalton) y Polysciences Inc. (Warrington, PA; diversos productos que tienen peso molecular de 600, 1200, 1800, 10 000, 70 000, 750 000, 250 000 y 2 000 000 dalton).

Aminas polifuncionales

Aminas polifuncionales adecuadas incluyen las descritas en el documento WO 2015/023961. Ejemplos son hexametilendiamina, hexaetilendiamina, etilendiamina, 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, dietilenotriamina, pentaetilenohexamina, bis(3-aminopropil)amina, bis(hexanotileno)triamina, tris(2-aminoetil)amina, trietilenotetramina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-propanodiamina, tetraetilenopentamina, amino-2-metil-1-propanol, quitosano, 1,3-diaminoguanidina, 1,1-dimetilbiguanida, guanidina, arginina, lisina, histidina, ornitina, nisina, gelatina y combinaciones de las mismas.

Alcoholes polifuncionales

Alcoholes polifuncionales adecuados también se describen en el documento WO 2015/023961. Ejemplos incluyen pentaeritritol, dipentaeritritol, glicerol, poliglicerol, etilenglicol, polietilenglicol, trimetilolpropano, neopentilglicol, sorbitol, eritritol, treitol, arabitól, xilitol, ribitol, manitol, galactitol, fucitol, iditol, inositol, volemitol, isomaltitol, maltitol, lactitol, maltotriitol, maltotetraitol, poliglicitol y combinaciones de los mismos.

Reticulantes de carbonilo

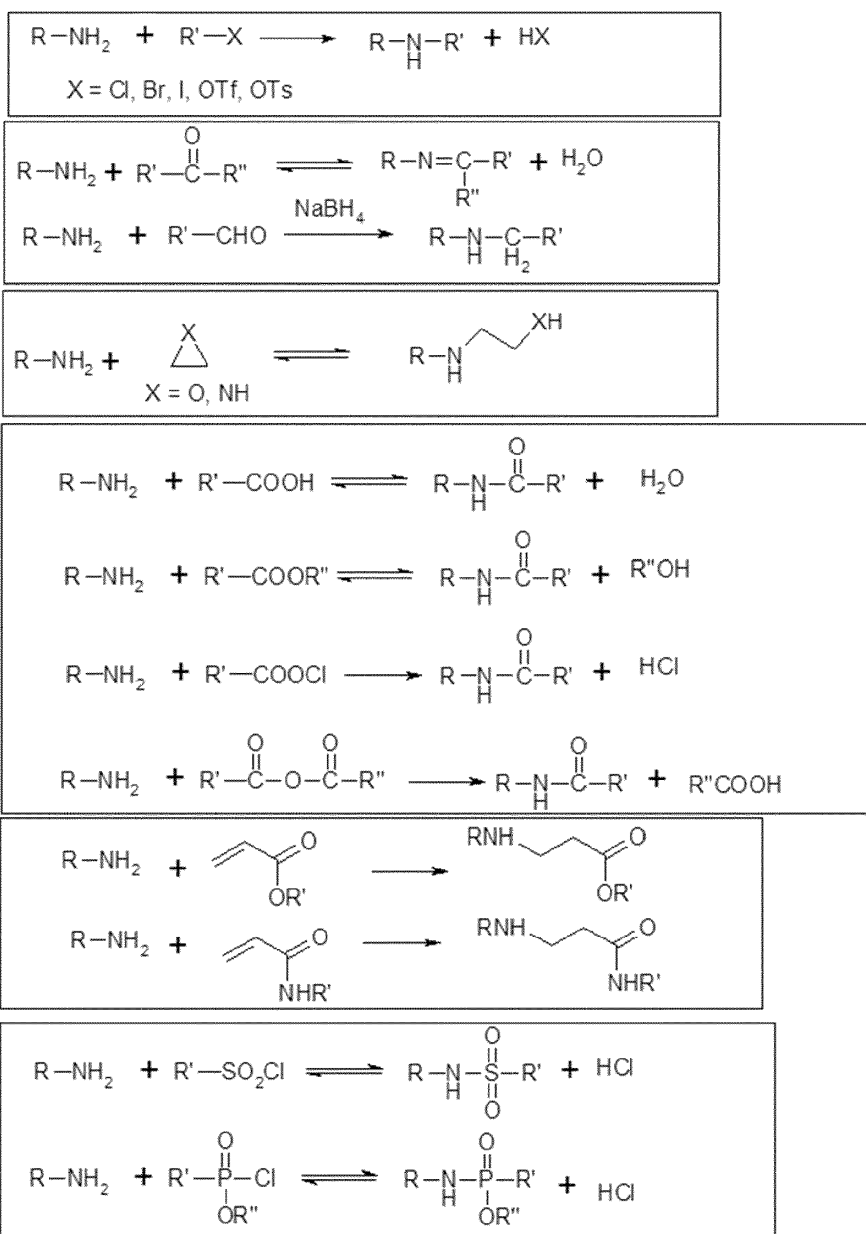
Los reticulantes de carbonilo tienen cada uno al menos dos grupos funcionales, por ejemplo, un primer grupo funcional y un segundo grupo funcional.

El primer grupo funcional es un grupo electrófilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional para formar una red del polímero encapsulante. Ejemplos incluyen formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo haluro de alquilo, un grupo epóxido, un grupo aziridina, un grupo oxetano, un grupo azetidina, un grupo haluro de sulfonilo, un grupo clorofosfato, un grupo isocianato, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo nitrilo α,β -insaturado o un grupo metanosulfonilo α,β -insaturado. Preferiblemente, el primer grupo funcional es un grupo electrófilo de carbonilo que contiene un grupo carbonilo tal como formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo trifluorometanosulfonato y un grupo *p*-toluenosulfonato.

El segundo grupo funcional es un grupo electrófilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional. Puede seleccionarse de los grupos enumerados inmediatamente anteriormente.

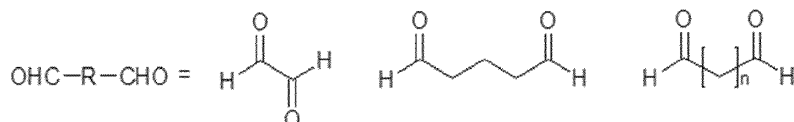
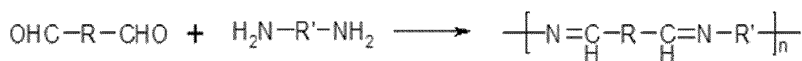
Ejemplos de un reticulante de carbonilo incluyen dialdehído glutárico, dialdehído succínico y glicoxal; así como compuestos tales como trímero de glicoxilo y paraformaldehído, bis(dimetil) acetal, bis(dietil) acetal, dialdehídos poliméricos, tal como almidón oxidado. Preferiblemente el agente reticulante es un aldehído difuncional de bajo peso molecular, tal como glicoxal, 1,3-propano dialdehído, 1,4-butano dialdehído, 1,5-pentano dialdehído o 1,6-hexano.

Algunas reacciones de reticulación entre la BPEI y el reticulante de carbonilo se muestran a continuación:

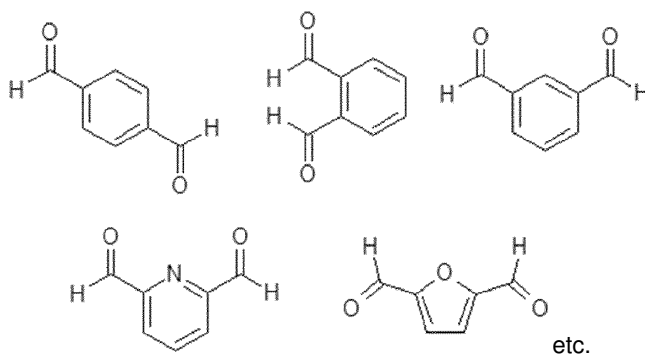


En el esquema anterior, R-NH₂ es BPEI, y el otro reactante es el reticulante de carbonilo. En algunas de las reacciones anteriores, se forma un doble enlace C=N, que puede reducirse en un enlace sencillo C-N más estable mediante un agente reductor, por ejemplo, borohidruro de sodio.

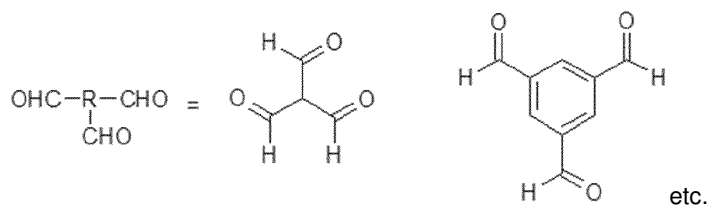
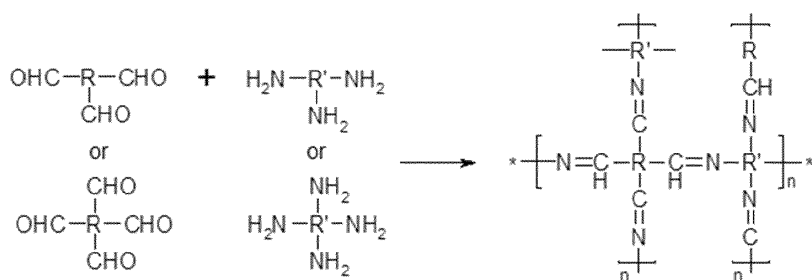
5 Más ejemplos de las reacciones de reticulación se muestran a continuación:



10



15 H₂N-R'-NH₂ = BPEI



20

Poliisocianatos

El polímero encapsulante puede ser un producto de reacción entre BPEI (o su mezcla) y una mezcla de un reticulante de carbonilo y un poliisocianato.

25

Estos poliisocianatos contienen cada uno dos o más grupos isocianato (-NCO). Poliisocianatos adecuados incluyen, por ejemplo, diisocianato de 1,5-naftileno, diisocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI), MDI hidrogenado (H12MDI), diisocianato de xilileno (XDI), diisocianato de tetrametilxilol (TMXDI), diisocianato de 4,4'-difenildimetilmetano, diisocianato de di- y tetraalquildifenilmetano, diisocianato de 4,4'-dibencilo, diisocianato de 1,3-fenileno, diisocianato de 1,4-fenileno, los isómeros de diisocianato de tolileno (TDI), opcionalmente en una mezcla, 1-metil-2,4-diisocianatociclohexano, 1,6-diisocianato-2,2,4-trimetilhexano, 1,6-diisocianato-2,4,4-trimetilhexano, 1-isocianatometil-3-isocianato-1,5,5-trimetilciclohexano, diisocianatos clorados y bromados, diisocianatos que contienen fósforo, 4,4'-diisocianatofenilperfluoroetano, 1,4-diisocianato de tetrametoxibutano, 1,4-diisocianato de butano, 1,6-diisocianato de hexano (HDI), diisocianato de dicitlohexilmetano, 1,4-diisocianato de ciclohexano, diisocianato de etileno, éster bisisocianatoetílico del ácido ftálico, también poliisocianatos con átomos de halógeno reactivos, tales como 2,4-diisocianato de 1-clorometilfenilo, 2,6-diisocianato de 1-bromometilfenilo y 4,4'-difenildiisocianato de éter 3,3-

35

bisclorometílico. Se obtienen poliisocianatos que contienen azufre, por ejemplo, haciendo reaccionar diisocianato de hexametileno con tiodiglicol o sulfuro de dihidroxidihexilo. Diisocianatos adecuados adicionales son diisocianato de trimetilhexametileno, 1,4-diisocianatobutano, 1,2-diisocianatododecano, diisocianato de ácido graso dimérico y combinaciones de los mismos.

Otros poliisocianatos disponibles en el mercado adecuados incluyen LUPRANATE M20 (PMDI, disponible en el mercado de BASF que contiene grupo isocianato "NCO" a un 31,5 % en peso), donde el promedio de n es 0,7; PAPI 27 (PMDI disponible en el mercado de Dow Chemical que tiene un peso molecular promedio de 340 y que contiene NCO a un 31,4 % en peso) donde el promedio de n es 0,7; MONDUR MR (PMDI que contiene NCO a un 31 % en peso o mayor, disponible en el mercado de Bayer) donde el promedio de n es 0,8; MONDUR MR Light (PMDI que contiene NCO a un 31,8 % en peso, disponible en el mercado de Bayer) donde el promedio de n es 0,8; MONDUR 489 (PMDI disponible en el mercado de Bayer que contiene NCO a un 30-31,4 % en peso) donde el promedio de n es 1,0; poli[(fenilisocianato)-co-formaldehído] (Aldrich Chemical, Milwaukee, WI), otros monómeros de isocianato tales como DESMODUR N3200 (poli(diisocianato de hexametileno) disponible en el mercado de Bayer) y TAKENATE D110-N (polímero de aducto de diisocianato de xileno disponible en el mercado de Mitsui Chemicals Corporation, Rye Brook, NY, que contiene NCO a un 11,5 % en peso), DESMODUR L75 (una base de poliisocianato sobre diisocianato de tolueno disponible en el mercado de Bayer) y DESMODUR IL (otro poliisocianato basado en diisocianato de tolueno disponible en el mercado de Bayer).

En algunas realizaciones, el poliisocianato usado en la preparación de las cápsulas de esta divulgación es un solo poliisocianato. En otras realizaciones el poliisocianato es una mezcla de poliisocianatos. En algunas realizaciones, la mezcla de poliisocianatos incluye un poliisocianato alifático y un poliisocianato aromático. En realizaciones particulares, la mezcla de poliisocianatos es un biuret de diisocianato de hexametileno y un aducto de trimetilol propano de diisocianato de xilileno. En determinadas realizaciones, el poliisocianato es un isocianato alifático o una mezcla de isocianato alifático, exento de cualquier isocianato aromático. En otras palabras, en estas realizaciones, no se usa isocianato aromático para preparar los polímeros de poliurea/poliuretano como materiales de pared de cápsula.

El peso molecular promedio de determinados poliisocianatos adecuados varía de 250 a 1000 Da y preferiblemente de 275 a 500 Da. En general, el intervalo de la concentración de poliisocianato varía de un 0,1 % a un 10 %, preferiblemente de un 0,1 % a un 8 %, más preferiblemente de un 0,2 a un 5 %, e incluso más preferiblemente de un 1,5 % a un 3,5 %, todos basados en el peso del sistema de suministro de cápsulas.

Pueden encontrarse más ejemplos de poliisocianatos adecuados en los documentos WO 2004/054362; WO 2015/023961; EP 0 148149; EP 0 017 409 B1; patente de Estados Unidos n.º 4.417.916, patente de Estados Unidos n.º 4.124.526, patente de Estados Unidos n.º 5.583.090, patente de Estados Unidos n.º 6.566.306, patente de Estados Unidos n.º 6.730.635, PCT 90/08468, PCT WO 92/13450, patente de Estados Unidos n.º 4.681.806, patente de Estados Unidos n.º 4.285.720 y patente de Estados Unidos n.º 6.340.653.

Polímero de pared adicional

El polímero encapsulante también puede incluir uno o más polímeros de pared adicionales, por ejemplo, un segundo, tercero, cuarto, quinto o sexto polímero. Estos polímeros adicionales pueden seleccionarse del grupo que consiste en sílice, poliacrilato, poliacrilamida, poli(acrilato-co-acrilamida), poliurea, poliuretano, almidón, gelatina y goma arábica, poli(melamina-formaldehído), poli(urea-formaldehído) y combinaciones de los mismos.

Métodos de encapsulación

Pueden usarse métodos de encapsulación convencionales para preparar las microcápsulas de BPEI. Véase el documento WO 2015/023961. En algunas realizaciones, se usan auxiliares de formación de cápsula, por ejemplo, un tensioactivo o dispersante.

A modo de ilustración, para preparar una microcápsula de BPEI que tenga un polímero encapsulante reticulado, en primer lugar, se prepara una emulsión de aceite en agua que contiene (i) BPEI o su mezcla, (ii) un reticulante de carbonilo o su mezcla, (iii) una fase oleosa que tiene un material activo y (iv) una fase acuosa que tiene un auxiliar de formación de microcápsula y agua. La reacción entre BPEI (o su mezcla) y el reticulante de carbonilo (o su mezcla) se produce cuando la temperatura de la mezcla de reacción se eleva o se añade un catalizador (tal como una transglutaminasa para catalizar la formación de amida) a la mezcla.

Catalizadores adecuados para su uso en la presente divulgación son transglutaminasas, carbonatos metálicos, hidróxido metálico, compuestos de amino u organometálicos e incluyen, por ejemplo, carbonato de sodio, carbonato de cesio, carbonato de potasio, hidróxido de litio, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano (es decir, DABCO), N,N-dimetilaminoetanol, N,N-dimetilciclohexilamina, éter bis-(2-dimetilamino-etílico), N,N-dimetilacetilamina, octoato estañoso y dilaurato de dibutilestaño.

La suspensión de microcápsula resultante se cura entonces a una temperatura predeterminada durante un periodo predeterminado de tiempo.

Para preparar una microcápsula de BPEI que tenga un agregado de BPEI, en primer lugar, se prepara una emulsión de aceite en agua emulsionando (i) una polietilenoimina ramificada, (ii) una fase oleosa que tiene un material activo y (iii) una fase acuosa que tiene un auxiliar de formación de microcápsula y agua. El agregado entonces se forma ajustando el pH de la emulsión, elevando la temperatura de la emulsión o añadiendo un auxiliar de formación de agregado a la emulsión. La suspensión de microcápsula resultante entonces se cura para fabricar la microcápsula de BPEI que tiene el agregado de BPEI.

De acuerdo con algunas realizaciones de esta divulgación, las microcápsulas preparadas de acuerdo con los métodos anteriores se curan a una temperatura en el intervalo de, por ejemplo, 15 °C a 230 °C (por ejemplo, de 55 °C a 90 °C, de 55 °C a 75 °C y de 90 °C a 130 °C) durante 1 minuto a 10 horas (por ejemplo, de 0,1 horas a 5 horas, de 0,2 horas a 4 horas y de 0,5 horas a 3 horas). Un experto en la materia puede determinar, sin experimentación excesiva, la temperatura de curado, duración y la tasa de calentamiento.

Para obtener microcápsulas con más lixiviación del material activo, determinadas realizaciones de esta divulgación proporcionan un curado a una baja temperatura, por ejemplo, menos de 100 °C. En algunas realizaciones, la temperatura de curado es a o menos de 90 °C. En otras realizaciones, la temperatura de curado es a o menos de 80 °C.

En una realización, las cápsulas se calientan hasta una temperatura de curado diana a una tasa lineal de 0,5 a 2 °C por minuto (por ejemplo, de 1 a 5 °C por minuto, de 2 a 8 °C por minuto y de 2 a 10 °C por minuto) durante un periodo de 1 a 60 minutos (por ejemplo, de 1 a 30 minutos). Pueden usarse los siguientes métodos de calentamiento: conducción, por ejemplo, mediante aceite, radiación de vapor mediante infrarrojos, y microondas, convección mediante aire calentado, inyección de vapor y otros métodos conocidos por los expertos en la materia. La temperatura de curado diana usada en este documento se refiere a la temperatura mínima en grados Celsius a la que pueden curarse las cápsulas para retardar la lixiviación.

Auxiliares de formación de microcápsula

La mayoría de auxiliares de formación de microcápsula se usan como dispersantes (concretamente, emulsionantes o tensioactivos). Facilitan la formación de emulsiones estables que contienen gotas de aceite de tamaño nanométrico o micrométrico a encapsular. Además, los auxiliares de formación de microcápsula mejoran el funcionamiento de la microcápsula estabilizando las cápsulas y/o su depósito en las áreas diana o liberando al entorno. El funcionamiento se mide por la intensidad de la liberación de fragancia durante la experiencia de uso, tal como las fases de prefrotado y posfrotado en una experiencia de lavado de ropa. La fase de prefrotado es la fase cuando las microcápsulas se han depositado sobre la ropa, por ejemplo, después de haber usado una suavizante para la ropa que contiene microcápsulas durante el ciclo de lavado. La fase de posfrotado es después de que las microcápsulas se hayan depositado y las microcápsulas se rompen por fricción u otros mecanismos similares.

La cantidad de estos auxiliares de formación de microcápsula está en algún lugar de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 40 por ciento en peso de la microcápsula, más preferiblemente de un 0,5 a aproximadamente un 10 por ciento, más preferiblemente de un 0,5 a un 5 por ciento en peso.

Auxiliares de formación de microcápsula preferidos son polivinilpirrolidona, poli(alcohol vinílico), poli(sulfonato de estireno), carboximetilcelulosa, sal sódica de condensado de naftalenosulfonato, copolímero de etileno y anhídrido maleico, un alginato, ácido hialurónico, poli(ácido acrílico), carboximetilcelulosa, copolímeros de ácido acrílico y acrilamida, copolímero de acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio, terpolímeros de (ácido acrílico, acrilamida, y cloruro de acrilamidopropiltrimonio), polímeros de poli(acetato de vinilo) parcial o completamente hidrolizado (es decir, poli(alcohol vinílico)) y combinaciones de los mismos.

Otros auxiliares de formación de microcápsula incluyen sales solubles en agua de sulfatos de alquilo, sulfatos de éter alquílico, isotionatos de alquilo, carboxilatos de alquilo, sulfosuccinatos de alquilo, succinamatos de alquilo, sales de sulfato de alquilo tales como dodecil sulfato de sodio, sarcosinatos de alquilo, derivados alquílicos de hidrolizados proteínicos, aspartatos de acilo, ésteres fosfato de alquilo o éter alquílico o éter alquilarílico, dodecil sulfato de sodio, fosfolípidos o lecitina, o jabones, estearato, oleato o palmitato de sodio, potasio o amonio, sales de ácido alquilarilsulfónico tales como dodecilsulfonato de sodio, dialquilsulfosuccinatos de sodio, sulfosuccinato de dioctilo, dilaurilsulfosuccinato de sodio, sal sódica de poli(sulfonato de estireno), copolímero de isobutileno-anhídrido maleico, goma arábiga, alginato de sodio, sulfato de celulosa y pectina, copolímero de isobutileno-anhídrido maleico, goma arábiga, carragenina, alginato de sodio, ácido péctico, goma de tragacanto, goma de almendra y agar; polímeros semisintéticos tales como celulosa sulfatada, metilcelulosa sulfatada, carboximetil almidón, almidón fosfatado, ácido sulfónico de lignina; y polímeros sintéticos tales como copolímeros de anhídrido maleico (incluyendo hidrolizados de los mismos), poli(ácido acrílico), poli(ácido metacrílico), copolímeros de ácido acrílico y acrilato de butilo u homopolímeros y copolímeros de ácido crotonico, ácido vinilbencenosulfónico u homopolímeros y copolímeros de ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, y amida parcial o éster parcial de dichos polímeros y copolímeros, poli(alcohol vinílico) carboximodificado, poli(alcohol vinílico) modificado con ácido sulfónico y poli(alcohol vinílico) modificado con ácido fosfórico, etoxilatos de tristirilfenol fosfatados o sulfatados.

Tensioactivos disponibles en el mercado incluyen, aunque sin limitación, condensados de naftaleno sulfonato-formaldehído tales como MORWET D425 (naftalenosulfonato, Akzo Nobel, Fort Worth, TX); poli(alcoholes vinílicos) parcialmente hidrolizados tales como MOWIOL, por ejemplo, MOWIOL 3-83 (Air Products); copolímeros de bloque de óxido de etileno-óxido de propileno o poloxámeros tales como PLURONIC, SYNPERONIC o materiales PLURACARE (BASF); poliestirenos sulfonados tales como FLEXAN II (Akzo Nobel); polímeros de etileno-anhídrido maleico tales como ZEMAC (Vertellus Specialties Inc.); copolímero de acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio tal como Salcare SC 60 (BASF); y la serie Polyquaternium tal como Polyquaternium 11 ("PQ11"; un copolímero de vinilpirrolidona y metacrilato de dimetilaminoetil cuaternizado; vendido por BASF como LUVIQUAT PQ11 AT 1).

En otras realizaciones, el auxiliar de formación de cápsula es un auxiliar de procesamiento tal como hidrocoloides, que mejoran la estabilidad coloidal de la suspensión frente a coagulación, sedimentación y batido. El término "hidrocoloide" se refiere a una amplia clase de polímeros solubles en agua o dispersables en agua que tienen carácter aniónico, catiónico, zwitteriónico o no iónico. Hidrocoloides útiles en la presente divulgación incluyen, aunque sin limitación, poliacarbohidratos, tales como almidón, almidón modificado, dextrina, maltodextrina y derivados de celulosa, y sus formas cuaternizadas; gomas naturales tales como ésteres de alginato, carragenina, xantanos, agar-agar, pectinas, ácido péctico, y gomas naturales tales como goma arábiga, goma de tragacanto y goma karaya, gomas guar y gomas guar cuaternizadas; gelatina, hidrolizados proteínicos y sus formas cuaternizadas; polímeros y copolímeros sintéticos, tales como poli(vinilpirrolidona-co-acetato de vinilo), poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo), poli(ácido (met)acrílico), poli(ácido maleico), poli((met)acrilato de alquilo-co-ácido (met)acrílico), copolímero de poli(ácido acrílico-co-ácido maleico), poli(óxido de alquileo), poli(éter vinilmetílico), poli(éter vinílico-co-anhídrido maleico), y similares, así como poli(etilenoimina), poli((met)acrilamida), poli(óxido de alquileo-co-dimetilsiloxano), poli(amino dimetilsiloxano) y similares, y sus formas cuaternizadas.

El auxiliar de formación de cápsula también puede usarse en combinación con carboximetilcelulosa ("CMC"), polivinilpirrolidona, poli(alcohol vinílico), condensados de alquilnaftalenosulfonato y formaldehído, y/o un tensioactivo durante el procesamiento para facilitar la formación de cápsula. Ejemplos de tensioactivos que pueden usarse en combinación con el auxiliar de formación de cápsula incluyen, aunque sin limitación, cloruro de cetil trimetil amonio (CTAC), poloxámeros tales como PLURONICS (por ejemplo, PLURONIC F127), PLURAFAC (por ejemplo, PLURAFAC F127), o MIRANET-N, saponinas tales como QNATURALE (National Starch Food Innovation); o una goma arábiga tal como Seyal o Senegal. En determinadas realizaciones, el polímero de CMC tiene un intervalo de peso molecular entre aproximadamente 90 000 dalton y 1 500 000 dalton, preferiblemente entre aproximadamente 250 000 dalton y 750 000 dalton y más preferiblemente entre 400 000 dalton y 750 000 dalton. El polímero de CMC tiene un grado de sustitución entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 3, preferiblemente entre aproximadamente 0,65 y aproximadamente 1,4 y más preferiblemente entre aproximadamente 0,8 y aproximadamente 1,0. El polímero de CMC está presente en la suspensión de cápsula a un nivel de aproximadamente un 0,1 % a aproximadamente un 2 % y preferiblemente de aproximadamente un 0,3 % a aproximadamente un 0,7 %. En otras realizaciones, la polivinilpirrolidona usada en esta divulgación es un polímero soluble en agua y tiene un peso molecular de 1000 a 10 000 000. La polivinilpirrolidona adecuada es polivinilpirrolidona K12, K15, K17, K25, K30, K60, K90 o una mezcla de las mismas. La cantidad de polivinilpirrolidona es de un 2-50 %, 5-30 % o 10-25 % en peso del sistema de suministro de cápsulas. Condensados de alquilnaftalenosulfonato y formaldehído disponibles en el mercado incluyen MORWET D-425, que es una sal sódica de condensado de naftalenosulfonato de Akzo Nobel, Fort Worth, TX.

Otros sistemas de suministro

Las composiciones de microcápsula que contienen una de las microcápsulas de BPEI descritas anteriormente también pueden incluir uno o más sistemas de suministro adicionales.

En algunas realizaciones, la composición de microcápsula de esta divulgación contiene una microcápsula de BPEI y una o más microcápsulas que no son de BPEI adicionales. Estas microcápsulas están exentas de BPEI. Los materiales formadores de pared incluyen melamina formaldehído, poliuretano, polisiloxanos, poliurea, poliamida, poliimida, poli(alcohol vinílico), polianhídrido, poliolefina, polisulfona, polisacárido, proteína, poliláctido (PLA), poliglicólido (PGA), poliortoéster, polifosfazeno, silicona, lípido, celulosa modificada, gomas, poliestireno y poliésteres o combinaciones de estos materiales. Otros materiales poliméricos que son funcionales son copolímero de etileno y anhídrido maleico, copolímero de estireno y anhídrido maleico, copolímero de etileno y acetato de vinilo y copolímero de láctido y glicólido. También pueden usarse biopolímeros que derivan de alginato, quitosano, colágeno, dextrano, gelatina y almidón como materiales encapsulantes. Además, pueden prepararse cápsulas mediante la coacervación simple o compleja de gelatina. Polímeros de pared encapsulantes preferidos incluyen los formados de isocianatos, acrilatos, acrilamida, acrilato-co-acrilamida, monómeros de hidrogel, precursores de sol-gel, gelatina, melamina-formaldehído o condensados de urea-formaldehído, así como tipos similares de aminoplastos.

Microcápsulas que no son de BPEI adicionales preferidas son aminoplastos y cápsulas de gelatina, cápsulas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído y microcápsulas de poliurea/poliuretano. Véase los documentos US 2007/0078071, US 6.261.483 y US 8.299.011.

Materiales activos

El núcleo de las cápsulas de la presente divulgación puede incluir uno o más materiales activos incluyendo, aunque sin limitación, aromas y/o ingredientes de fragancia tales como aceites de fragancia. Ejemplos no limitantes incluyen los descritos en el documento WO 2016/049456. Estos materiales activos incluyen ingredientes de aroma o fragancia, agentes que enmascaran el sabor, estimulantes del sabor, agentes neutralizantes del mal olor, vitaminas, antibacterianos, activos de protección solar, antioxidantes, agentes antiinflamatorios, anestésicos, analgésicos, agentes antifúngicos, antibióticos, agentes antiviricos, agentes antiparasitarios, agentes antiinfecciosos y antiacné, ingredientes activos dermatológicos, enzimas y coenzimas, agentes blanqueantes de la piel, antihistamínicos, agentes quimioterápicos y repelentes de insectos. Además de los materiales activos enumerados anteriormente, los productos de esta divulgación también pueden contener tintes, colorantes o pigmentos, extractos obtenidos de forma natural (por ejemplo, extracto de pimentón dulce y extracto de zanahoria morada) y lacas aluminicas.

En algunas realizaciones, la cantidad de material activo encapsulado es de un 5 a un 95 % (por ejemplo, de un 20 a un 90 % y de un 40 a un 85 %) en peso de la cápsula. La cantidad de la pared de cápsula es de un 0,5 % a un 25 % (por ejemplo, de un 1,5 a un 15 % y de un 2,5 a un 10 %) también en peso de la cápsula. En otras realizaciones, la cantidad de material activo encapsulado es de un 15 % a un 99,5 % (por ejemplo, de un 50 a un 98 % y de un 30 a un 95 %) en peso de la cápsula, y la cantidad de la pared de cápsula es de un 0,5 % a un 85 % (por ejemplo, de un 2 a un 50 % y de un 5 a un 70 %) en peso de la cápsula.

Materiales adyuvantes

Además de los materiales activos, la presente divulgación también contempla la incorporación de materiales adyuvantes incluyendo disolvente, emolientes y materiales modificadores del núcleo en el núcleo encapsulado por la pared de cápsula. Otros materiales adyuvantes son materiales sólidos en partículas a nanoescala, modificadores poliméricos del núcleo, modificadores de la solubilidad, modificadores de la densidad, estabilizantes, humectantes, modificadores de la viscosidad, modificadores del pH o cualquier combinación de los mismos. Estos modificadores pueden estar presente en la pared o el núcleo de las cápsulas, o fuera de las cápsulas en el sistema de suministro. Preferiblemente, están en el núcleo como un modificador del núcleo.

El uno o más materiales adyuvantes pueden añadirse en la cantidad de un 0,01 % a un 25 % (por ejemplo, de un 0,5 % a un 10 %) en peso de la cápsula.

Ejemplos adecuados incluyen los descritos en los documentos WO 2016/049456 y US 2016/0158121.

Auxiliar de depósito

Puede incluirse un auxiliar de depósito de cápsula de un 0,01 a un 25 %, más preferiblemente de un 5 a un 20 % en peso de la cápsula. El auxiliar de depósito de cápsula puede añadirse durante la preparación de las cápsulas o puede añadirse después de haber preparado las cápsulas.

Estos auxiliares de depósito se usan para ayudar en el depósito de cápsulas en superficies tales como tela, cabello o piel. Estos incluyen polímeros solubles en agua aniónicamente, catiónicamente, no iónicamente o anfóteros. Auxiliares de depósito adecuados incluyen policuaturnio-4, policuaturnio-5, policuaturnio-6, policuaturnio-7, policuaturnio-10, policuaturnio-16, policuaturnio-22, policuaturnio-24, policuaturnio-28, policuaturnio-39, policuaturnio-44, policuaturnio-46, policuaturnio-47, policuaturnio-53, policuaturnio-55, policuaturnio-67, policuaturnio-68, policuaturnio-69, policuaturnio-73, policuaturnio-74, policuaturnio-77, policuaturnio-78, policuaturnio-79, policuaturnio-80, policuaturnio-81, policuaturnio-82, policuaturnio-86, policuaturnio-88, policuaturnio-101, polivinilamina, polietilenoimina, copolímero de polivinilamina y vinilformamida, un copolímero de cloruro de acrilamidopropiltrimonio/acrilamida, un copolímero de cloruro de metacrilamidopropiltrimonio/acrilamida y combinaciones de los mismos. Otros auxiliares de depósito adecuados incluyen los descritos en el documento WO 2016/049456, páginas 13-27. Se describen auxiliares de depósito adicionales en los documentos US 2013/0330292, US 2013/0337023 y US 2014/0017278.

Sistema de suministro de cápsulas

La microcápsula recargable puede formularse en un sistema de suministro de cápsulas (por ejemplo, una composición de microcápsula) para su uso en productos de consumo.

El sistema de suministro de cápsulas puede ser una suspensión que contiene en un disolvente hidrófilo externo (por ejemplo, agua, etanol y una combinación de los mismos) la cápsula a un nivel de un 0,1 a un 80 % (por ejemplo, 70-75 %, 40-55 %, 50-90 %, de un 1 a un 65 % y de un 5 a un 45 %) en peso del sistema de suministro de cápsulas.

En algunas realizaciones, la cápsula y su suspensión preparada de acuerdo con la presente divulgación se purifica posteriormente. Véase el documento US 2014/0017287. La purificación puede conseguirse lavando la suspensión de cápsula con agua hasta que se consigue un pH neutro.

El sistema de suministro también puede secarse por pulverización hasta una forma sólida. En un proceso de secado por pulverización, se añade un vehículo de secado por pulverización a un sistema de suministro de cápsulas para ayudar a la eliminación del agua de la suspensión. Véase el documento WO 2016/144798.

El sistema de suministro de cápsulas también puede pulverizarse como una suspensión sobre un producto de consumo, por ejemplo, un producto de cuidado de tejidos. A modo de ilustración, un sistema de suministro líquido que contiene cápsulas se pulveriza sobre un polvo de detergente durante la mezcla para fabricar gránulos. Véase el documento US 2011/0190191. Para aumentar la carga de fragancia, puede añadirse material absorbente de agua, tal como zeolita, al sistema de suministro.

Como alternativa, se preparan granulados en un producto de consumo en un granulador mecánico en presencia de un auxiliar de granulación tal como sólidos cristalinos orgánicos no ácidos solubles en agua. Véase el documento WO 2005/097962.

(iii) Componentes adicionales. El sistema de suministro de cápsulas puede incluir uno o más materiales activos no encapsulados no confinados de aproximadamente un 0,01 % a aproximadamente un 50 %, más preferiblemente de aproximadamente un 5 % a aproximadamente un 40 %.

El sistema de suministro de cápsulas también puede contener uno o más sistemas de suministro distintos tales como composiciones de suministro asistido por polímero (véase el documento US 8.187.580), composiciones de suministro asistido por fibra (documento US 2010/0305021), estructuras de clatrato de ciclodextrina (documentos US 6.287.603 y US 2002/0019369), profragancias (documentos WO 2000/072816 y EP 0 922 084) y cualquier combinación de las mismas. El sistema de suministro de cápsulas también puede contener una o más (por ejemplo, dos, tres, cuatro, cinco o seis más) cápsulas diferentes incluyendo diferentes cápsulas de esta divulgación y otras cápsulas tales como aminoplastos, hidrogel, sol-gel, cápsulas coacervadas, cápsulas de poliurea/poliuretano y cápsulas de melamina formaldehído. Más sistemas de suministros ejemplares que pueden incorporarse son cápsulas coacervadas, sistemas de suministro de ciclodextrina y encapsulación por secado por pulverización. Véase el documento WO 2016/144798.

Cualquier compuesto, polímero o agente analizado anteriormente puede ser el propio compuesto, polímero o agente como se muestra anteriormente, o su sal, precursor, hidrato o solvato. Una sal puede formarse entre un anión y un grupo cargado positivamente en el compuesto, polímero o agente. Aniones adecuados incluyen cloruro, bromuro, yoduro, sulfato, nitrato, fosfato, citrato, metanosulfonato, trifluoroacetato, acetato, malato, tosilato, tartrato, fumarato, glutamato, glucuronato, lactato, glutarato y maleato. Asimismo, también puede prepararse una sal entre un catión y un grupo cargado negativamente en el compuesto, polímero o agente. Cationes adecuados incluyen ion sodio, ion potasio, ion magnesio, ion calcio y un catión amonio (por ejemplo, ion tetrametilamonio). Un precursor puede ser éster y otro derivado adecuado que, durante el proceso de preparación de una composición de cápsula de poliurea o poliuretano de esta divulgación, puede convertirse en el compuesto, polímero o agente y usarse en la preparación de la composición de cápsula de poliurea o poliuretano. Un hidrato se refiere al compuesto, polímero o agente que contiene agua. Un solvato se refiere a un complejo formado entre el compuesto, polímero o agente y un disolvente adecuado. Un disolvente adecuado puede ser agua, etanol, isopropanol, acetato de etilo, ácido acético y etanolamina.

Determinados compuestos, polímeros y agentes tienen uno o más estereocentros, de los que cada uno de ellos puede estar en configuración R, configuración S o una mezcla. Además, algunos compuestos, polímeros y agentes tienen uno o más dobles enlaces en los que cada doble enlace existe en la configuración E (trans) o Z (cis), o combinaciones de los mismos. Los compuestos, polímeros y agentes incluyen todas las posibles formas de configuración estereoisoméricas, regioisoméricas, diastereoisoméricas, enantioméricas y epiméricas, así como cualquier mezcla de las mismas. Por tanto, la lisina usada en este documento incluye L-lisina, D-lisina, monoclóhidrato de L-lisina, monoclóhidrato de D-lisina, carbonato de lisina y así sucesivamente. Asimismo, arginina incluye L-arginina, D-arginina, monoclóhidrato de L-arginina, monoclóhidrato de D-arginina, carbonato de arginina, arginina monohidrato, y etc. Guanidina incluye clorhidrato de guanidina, carbonato de guanidina, tiocianato de guanidina y otras sales de guanidina incluyendo sus hidratos. Ornitina incluyen L-ornitina y sus sales/hidratos (por ejemplo, monoclóhidrato) y D-ornitina y sus sales/hidratos (por ejemplo, monoclóhidrato).

Aplicaciones. Los sistemas de suministro de la presente divulgación son muy adecuados para su uso, sin limitación, en los siguientes productos:

a) Productos del hogar

i. Detergentes líquidos o en polvo para la ropa que pueden usarse la presente divulgación incluyen los sistemas descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 5.929.022 y 5.916.862

ii. Bolsitas monodosis, comprimidos y cápsulas tales como las descritas en los documentos EP 1 431 382 A1, US 2013/0219996 A1, US 2013/0284637 A1 y US 6.492.315. Estas formulaciones monodosis pueden contener altas concentraciones de un material funcional (por ejemplo, un 5-100 % de agente suavizante de la ropa o activo detergente), fragancia (por ejemplo, un 0,5-100 %, 0,5-40 % y 0,5-15 %) y aroma (por ejemplo, un 0,1-100 %, 0,1-

40 % y 1-20 %). Pueden contener nada de agua para limitar el contenido de agua tan bajo como menos de un 30 % (por ejemplo, menos de un 20 %, menos de un 10 % y menos de un 5 %).

iii. Potenciadores de perfume tales como los descritos en los documentos US 8.333.289 y US 2014/0107010.

iv. Productos de cuidado de tejidos tales como acondicionadores de aclarado (que contienen de un 1 a un 30 % en peso de un activo acondicionador de tejidos), acondicionadores líquidos de tejidos (que contienen de un 1 a un 30 % en peso de un activo acondicionador de tejidos), toallitas de secadora, eliminadores de olores para tejidos, pulverizadores eliminadores de olores para tejidos, líquidos de planchado y sistemas suavizantes de tejidos tales como los descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 6.335.315 y 5.877.145.

Los suavizantes/eliminadores de olores líquidos para tejidos contienen al menos un agente suavizante de tejidos presente, preferiblemente a una concentración de un 1 a un 30 % (por ejemplo, de un 4 a un 20 %, de un 4 a un 10 % y de un 8 a un 15 %). La relación entre el material activo y el agente suavizante de tejidos puede ser de 1:500 a 1:2 (por ejemplo, de 1:250 a 1:4 y de 1:100 a 1:8). Como una ilustración, cuando el agente suavizante de tejidos es de un 5 % en peso del suavizante de tejidos, el material activo es de un 0,01 a un 2,5 %, preferiblemente de un 0,02 a un 1,25 % y más preferiblemente de un 0,1 a un 0,63 %. Como otro ejemplo, cuando el agente suavizante de tejidos es de un 20 % en peso del suavizante de tejidos, el material activo es de un 0,04 a un 10 %, preferiblemente de un 0,08 a un 5 % y más preferiblemente de un 0,4 a un 2,5 %. El material activo es una fragancia, neutralizante del mal olor o mezcla de los mismos. El suavizante líquido de tejidos puede tener de un 0,15 a un 15 % de cápsulas (por ejemplo, de un 0,5 a un 10 %, de un 0,7 a un 5 % y de un 1 a un 3 %). Cuando se incluyen cápsulas a estos niveles, el equivalente de aceite neto (NOE) en el suavizante es de un 0,05 a un 5 % (por ejemplo, de un 0,15 a un 3,2 %, de un 0,25 a un 2 % y de un 0,3 a un 1 %).

Los agentes suavizantes de tejidos adecuados incluyen tensioactivos catiónicos. Ejemplos no limitantes son compuestos de amonio cuaternario tales como compuestos de amonio cuaternario alquilados, compuestos de amonio cuaternario en anillo o cíclicos, compuestos de amonio cuaternario aromáticos, compuestos de diamonio cuaternario, compuestos de amonio cuaternario alcoxilados, compuestos de amonio cuaternario de amidoamina, compuestos de amonio cuaternario de éster y mezclas de los mismos. Las composiciones suavizantes de tejidos, y componentes de las mismas, se describen en general en los documentos US 2004/0204337 y US 2003/0060390. Agentes suavizantes adecuados incluyen esterquats tales como Rewoquat WE 18 disponible en el mercado de Evonik Industries y Stepantex SP-90 disponible en el mercado de Stepan Company.

v. Detergentes líquidos para la vajilla tales como los descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 6.069.122 y 5.990.065

vi. Detergentes para lavavajillas tales como los descritos en los documentos US 6.020.294 y US 6.017.871

vii. Limpiadores universales incluyendo limpiadores diluibles en cubo y limpiadores para inodoro

viii. Limpiadores para el cuarto de baño

ix. Papel higiénico

x. Desodorizantes de alfombras

xi. Velas

xii. Desodorizantes de ambientales

xiii. Limpiadores del suelo

xiv. Desinfectantes

xv. Limpiacristales

xvi. Revestimientos de bolsas de basura/papeleras

xvii. Ambientadores incluyendo desodorizante ambiental y desodorizante para el coche, velas perfumadas, pulverizadores, ambientadores de aceite perfumado, ambientadores de pulverización automática y perlas de gel neutralizante

xviii. Absorbente de humedades

xix. Dispositivos del hogar tales como toallitas y bayetas desechables

xx. Esferas/trampas/tortas para las polillas

b) Productos de cuidado para bebés

i. Crema/bálsamo para erupciones del pañal

5 ii. Talco para bebés

c) Dispositivos de cuidado para bebés

i. Pañales

10 ii. Baberos

iii. Toallitas

15 d) Productos de cuidado bucal. Productos de cuidado de los dientes (como un ejemplo de preparaciones de acuerdo con la presentes divulgación usadas para cuidado bucal) incluyen en general un sistema abrasivo (agente abrasivo o pulidor), por ejemplo, ácidos silícicos, carbonatos de calcio, fosfatos de calcio, óxidos de aluminio y/o hidroxilapatitas, sustancias tensioactivas, por ejemplo, lauril sulfato de sodio, lauril sarcosinato de sodio y/o cocamidopropilbetaína, humectantes, por ejemplo, glicerol y/o sorbitol, agentes espesantes, por ejemplo, carboximetilcelulosa, polietilenglicoles, carragenina y/o Laponite.RTM., edulcorantes, por ejemplo sacarina, correctores del sabor para sensaciones de sabor desagradables, correctores del sabor para sensaciones adicionales de sabor normalmente no desagradables, sustancias moduladoras del sabor (por ejemplo, fosfato de inositol, nucleótidos tales como monofosfato de guanosina, monofosfato de adenosina u otras sustancias tales como glutamato de sodio o ácido 2-fenoxipropiónico), ingredientes activos refrescantes, por ejemplo, derivados de mentol (por ejemplo, lactato de L-mentilo, alquilcarbonatos de L-mentilo, mentona cetales, amidas de ácido mentanocarboxílico), amidas de ácido 2,2,2-trialquilacético (por ejemplo, metil amida de ácido 2,2-diisopropilpropiónico), icilina y derivados de icilina, estabilizantes e ingredientes activos, por ejemplo, fluoruro de sodio, monofluorofosfato de sodio, difluoruro de estaño, fluoruros de amonio cuaternario, citrato de cinc, sulfato de cinc, pirofosfato de estaño, dicloruro de estaño, mezclas de diversos pirofosfatos, triclosán, cloruro de cetilpiridinio, lactato de aluminio, citrato de potasio, nitrato de potasio, cloruro de potasio, cloruro de estroncio, peróxido de hidrógeno, aromatizantes y/o bicarbonato de sodio o correctores del sabor.

i. Dentífrico. Una formulación ejemplar es como sigue:

1. fosfato de calcio 40-55 %
2. carboximetilcelulosa 0,8-1,2 %
- 35 3. lauril sulfato de sodio 1,5-2,5 %
4. glicerol 20-30 %
5. sacarina 0,1-0,3 %
6. aceite de aroma 1-2,5 %
7. agua c.s. hasta 100 %

40 Un procedimiento típico para preparar la formulación incluye las etapas de (i) mezclar mediante una mezcladora de acuerdo con la formulación anterior para proporcionar un dentífrico, y (ii) añadir una composición de esta divulgación y mezclar la mezcla resultante hasta que sea homogénea.

45 ii. Polvo para los dientes

iii. Enjuague bucal

iv. Blanqueantes dentales

50 v. Adhesivo para dentadura postiza

e) Dispositivos para cuidado de la salud

55 i. Hilo dental

ii. Cepillos de dientes

iii. Respiradores

60 iv. Preservativos perfumados/aromatizados

f) Productos de higiene femenina tales como tampones, compresas y toallitas, y protectores diarios (salvaslips)

65 g) Productos de cuidado personal: Preparaciones cosméticas o farmacéuticas, por ejemplo, una emulsión de tipo de "agua en aceite" (W/O), una emulsión de tipo de "aceite en agua" (O/W) o como emulsiones múltiples, por ejemplo,

del tipo de agua en aceite en agua (W/O/W), como una emulsión PIT, una emulsión de Pickering, una microemulsión o nanoemulsión; y emulsiones que son particularmente preferidas son del tipo de "aceite en agua" (O/W) o del tipo de agua en aceite en agua (W/O/W). Más específicamente,

- 5 i. Limpiadores personales (pastillas de jabón, geles corporales y geles de ducha)
- ii. Acondicionador de ducha
- 10 iii. Protectores solar y protección del color de tatuajes (pulverizadores, lociones y barritas)
- iv. Repelentes de insectos
- v. Desinfectante de manos
- 15 vi. Bálsamos, pomadas y pulverizadores antiinflamatorios
- vii. Pomadas y cremas antibacterianas
- 20 viii. Estimuladores
- ix. Desodorantes y antitranspirantes, incluyendo antitranspirante en aerosol y pulverizador con bomba, antitranspirante en barrita, antitranspirante en aplicador de bola, antitranspirante en pulverizador de emulsión, antitranspirante en barrita de emulsión transparente, antitranspirante sólido blando, antitranspirante en aplicador de rodillo de emulsión, antitranspirante en barrita de emulsión transparente, antitranspirante en barrita de emulsión opaca, antitranspirante en gel transparente, desodorante en barrita transparente, desodorante en gel, desodorante en pulverizador, aplicador de bola y desodorante en crema.
- 25 x. Desodorante a basa de cera. Una formulación ejemplar es como sigue:
 - 30 1. Cera de parafina 10-20 %
 2. Cera hidrocarbonada 5-10 %
 3. Vaselina filante 10-15 %
 4. Alcohol de lanolina acetilado 2-4 %
 5. Adipato de diisopropilo 4-8 %
 - 35 6. Aceite mineral 40-60 %
 7. Conservante (según lo necesario)
- La formulación se prepara (i) mezclando los ingredientes anteriores, (ii) calentando la composición resultante hasta 75 °C hasta fundirse, (iii) con agitación, añadir polímero molido criogénicamente al 4 % que contiene una fragancia mientras se mantiene la temperatura a 75 °C, y (iv) agitar la mezcla resultante con para garantizar una suspensión uniforme mientras se añade una composición de esta divulgación a la formulación.
- 40 xi. Desodorante de tipo glicol/jabón. Una formulación ejemplar es como sigue:
 - 45 1. Propilenglicol 60-70 %
 2. Estearato de sodio 5-10 %
 3. Agua destilada 20-30 %
 - 4,2,4,4-Tricloro-2'-hidroxi difenil éter, fabricado por Ciba-Geigy Chemical Company y una marca registrada de Ciba-Geigy Chemical Company 0,01-0,5 %
- Los ingredientes se combinan y se calientan hasta 75 °C con agitación hasta que se ha disuelto el estearato de sodio. La mezcla resultante se enfría hasta 40 °C seguido de la adición de una composición de esta divulgación.
- 50 xii. Loción incluyendo loción corporal, loción facial y loción de manos
- xiii. Polvo corporal y polvo para los pies
- 55 xiv. Artículos de tocador
- xv. Pulverizador corporal
- 60 xvi. Crema para el afeitado y productos de aseo masculino
- xvii. Sales de baño
- xviii. Exfoliante
- 65 h) Dispositivos de cuidado personal

- i. Pañuelos faciales
- ii. Toallitas limpiadoras
- 5 i) Productos de cuidado capilar
 - i. Champús (líquido y en polvo seco)
 - 10 ii. Acondicionadores para el cabello (acondicionadores de aclarado, acondicionadores sin aclarado y acondicionadores limpiadores)
 - iii. Enjuagues capilares
 - 15 iv. Limpiadores en seco para el cabello
 - v. Perfumes capilares
 - 20 vi. Productos para alisar el cabello
 - vii. Productos de peinado del cabello, fijadores capilares y auxiliares de peinado
 - viii. Cremas para peinar el cabello
 - 25 ix. Cera capilar
 - x. Espuma capilar, gel capilar, pulverizador con bomba sin aerosol
 - 30 xi. Decolorantes, tintes y colorantes para el cabello
 - xii. Agentes de permanente
 - xiii. Toallitas capilares
 - 35 j) Cuidados de belleza
 - i. Fragancia fina - alcohólica. Se describen composiciones y métodos para incorporar cápsulas de fragancia en fragancias finas alcohólicas en el documento US 4.428.869. Las fragancias finas alcohólicas pueden contener lo siguiente:
 - 40 1. Etanol (1-99 %)
 - 2. Agua (0-99 %)
 - 3. un auxiliar de suspensión incluyendo, aunque sin limitación: hidroxipropilcelulosa, etilcelulosa, sílice, celulosa microcristalina, carragenina, alginato de propilenglicol, metilcelulosa, carboximetil celulosa de sodio o goma xantana (0,-1- %)
 - 45 4. Opcionalmente puede incluirse un emulsionante o un emoliente incluyendo, aunque sin limitación, los enumerados anteriormente
 - ii. Perfume sólido
 - 50 iii. Pintalabios/bálsamo labial
 - iv. Limpiador de maquillaje
 - 55 v. Cosmético de cuidado de la piel tal como base de maquillaje, compresa, protector solar, loción para la piel, loción lechosa, crema para la piel, emolientes, blanqueantes de la piel
 - vi. Cosmético de maquillaje incluyendo manicura, máscara, delineador para los ojos, sobra de ojos, base de maquillaje líquida, base de maquillaje en polvo, pintalabios y colorete
 - 60 k) Bienes de consumo que se envasan, tales como envases con fragancia, frascos/cajas de plástico con fragancia
 - l) Productos de cuidado de mascotas
 - i. Arena para gatos
 - 65 ii. Productos de tratamiento de pulgas y garrapatas

- iii. Productos de aseo para mascotas
- iv. Champús para mascotas
- 5 v. Juguetes para mascotas, premios y masticables
- vi. Almohadilla de entrenamiento de mascotas
- 10 vii. Transportines y jaulas para mascotas
- m) Dulces de repostería, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en chocolate, productos en barra de chocolate, otros productos en forma de barra, gominolas, caramelos duros y blandos y goma de mascar
- 15 i. Goma
 - 1. Base de goma (goma de chicle de látex natural, las bases de goma de mascar más actuales también incluyen actualmente elastómeros, tales como poli(acetato de vinilo) (PVA), polietileno, poliisobuteno (PIB) (peso molecular bajo o medio), polibutadieno, copolímeros de isobuteno-isopreno (caucho butílico), poliviniléter (PVE), polivinilbutiéter, copolímeros de ésteres de vinilo y éteres de vinilo, copolímeros de estireno-butadieno (caucho de estireno-butadieno, SBR) o elastómeros de vinilo, por ejemplo, basados en acetato de vinilo/laurato de vinilo, acetato de vinilo/estearato de vinilo o etileno/acetato de vinilo, así como mezclas de los elastómeros mencionados, como se describe, por ejemplo, en el documento EP 0 242 325, patente de Estados Unidos n.º 4.518.615, patente de Estados Unidos n.º 5.093.136, patente de Estados Unidos n.º 5.266.336, patente de Estados Unidos n.º 5.601.858 o patente de Estados Unidos n.º 6.986.709. 20-25 %
 - 25 2. Azúcar el polvo 45-50 %
 - 3. Glucosa 15-17 %
 - 4. Jarabe de almidón 10-13 %
 - 5. Plastificante 0,1 %
 - 6. Aroma 0,8-1,2 %
- 30 Los componentes descritos anteriormente se amasaron mediante una amasadora de acuerdo con la formulación anterior para proporcionar una goma de mascar. Entonces se añade aroma o estimulante encapsulado y se mezcla hasta que es homogéneo.
- 35 ii. Refrescantes del aliento
- iii. Cintas que se disuelven en la boca
- iv. Caramelo masticable
- 40 v. Caramelo duro
- n) Productos de panadería, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en pan, bollos secos, tortas y otras galletas;
- 45 o) Alimentos de aperitivo, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en virutas de patata horneada o frita o productos de masa de patata, productos de masa de pan y extruidos a base de maíz o cacahuete;
- 50 i. Virutas de patata, nachos, vegetales o multicereal
- ii. Palomitas de maíz
- iii. Galletas saladas
- 55 iv. Aperitivos extruidos
- p) Productos de cereal preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en cereales de desayuno, barras de muesli y productos de arroz acabados precocinados
- 60 q) Bebidas alcohólicas y no alcohólicas, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en café, té, vino, bebidas que contienen vino, cerveza, bebidas que contienen cerveza, licores, aguardiente, brandis, refrescos que contienen fruta, bebidas isotónicas, bebidas carbonatadas, néctares, zumos de frutas y hortalizas y preparaciones de frutas u hortalizas; bebidas instantáneas, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en bebidas de cacao instantáneas, bebidas de té instantáneas y bebidas de café instantáneas
- 65 i. Bebidas líquidas listas para beber

	ii. Concentrados líquidos para beber
5	iii. Bebidas en polvo
	iv. Café: capuchino instantáneo
	1. Azúcar 30-40 %
	2. Leche en polvo 24-35 %
10	3. Café soluble 20-25 %
	4. Lactosa 1-15 %
	5. Emulsionante de calidad alimenticia 1-3 %
	6. Aroma volátil encapsulado 0,01-0,5 %
15	v. Té
	vi. Bebidas alcohólicas
	r) Mezclas de especias y alimentos preparados de consumo
20	i. Salsa en polvo, mezclas de crema
	ii. Condimentos
25	iii. Productos fermentados
	s) Alimentos listos para calentar: comidas y sopas listas, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en sopas en polvo, sopas instantáneas, sopas precocinadas
30	i. Sopas
	ii. Cremas
	iii. Guisos
35	iv. Entrantes congelados
40	t) Productos lácteos, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en bebidas lácteas, helado, yogur, kefir, queso cremoso, queso blando, queso duro, leche en polvo, lactosuero, mantequilla, suero de manteca y productos que contienen proteína de la leche parcial o completamente hidrolizados. Bebidas lácteas aromatizadas
	i. Yogur
	ii. Helado
45	iii. Tofu
	iv. Queso
50	u) Proteína de soja u otras fracciones de la soja, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en leche de soja y productos producidos a partir de la misma, preparaciones que contienen lecitina de soja, productos fermentados tales como tofu o tempeh o productos producidos a partir de los mismos y cremas de soja;
55	v) Productos cárnicos, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en jamón, preparaciones de embutido frescas o sin procesar, y productos cárnicos sazonados o marinados o frescos o salados
	w) Huevos o productos de huevo, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en huevo en polvo, clara de huevo y yema de huevo
60	x) Productos de base oleosa o emulsiones de los mismos, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en mayonesa, remoulade, aderezos y preparaciones sazonadas
65	y) Preparaciones de frutas, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en mermeladas, sorbetes, cremas de fruta y rellenos de fruta; preparaciones de hortalizas, preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en ketchup, cremas, hortalizas en polvo, hortalizas ultracongeladas, hortalizas precocinadas, hortalizas en vinagre y hortalizas conservadas

z) Alimentos para mascotas aromatizados.

Las aplicaciones enumeradas anteriormente son todas bien conocidas en la técnica. Por ejemplo, se describen sistemas de suavizante de tejidos en las patentes de Estados Unidos n.º 6.335.315 y 5.674.832. Los detergentes líquidos de lavado de ropa incluyen los sistemas descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 5.929.022 y 5.916.862. Se describen detergentes líquidos para la vajilla en las patentes de Estados Unidos n.º 6.069.122 y 5.990.065. Champús y acondicionadores que pueden emplear la presente divulgación incluyen los descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 6.162.423 y 5.968.286. Se describen detergentes para lavavajillas en las patentes de Estados Unidos n.º 6.020.294 y 6.017.871.

La invención se describe en mayor detalle por los siguientes ejemplos no limitantes. Sin mayor elaboración, se cree que un experto en la materia puede utilizar, basándose en la descripción de este documento, la presente invención en su máxima extensión.

Ejemplo 1

Se preparó una composición de microcápsula de BPEI, composición 1, reticulando BPEI y glutaraldehído, un dialdehído que tiene la fórmula $\text{CH}_2(\text{CH}_2\text{CHO})_2$.

En primer lugar, se preparó una fase oleosa mezclando 96 gramos de aceite de fragancia y 24 gramos de aceite Neobee. Se preparó una fase acuosa en un recipiente separado mezclando 15 gramos de polivinilpirrolidona y 60 gramos de Luviquat PQ 11 (policuaternio-11) en 41,4 gramos de agua. La fase acuosa entonces se añadió a la fase oleosa. La mezcla resultante se homogeneizó a 12 500 RPM durante 2 min y se mezcló continuamente con un agitador suspendido durante 2 minutos para obtener una emulsión de aceite en agua, a la que se le añadió lentamente 25,2 gramos de solución de BPEI al 3 % en agua, seguido de la adición de 38,4 gramos de glutaraldehído al 2,5 %. Posteriormente, la mezcla se agitó durante 30 minutos para permitir la formación de un precursor de microcápsula. El curado a 55 °C durante 4 a 5 horas dio la microcápsula 1.

La microcápsula 1 se observó por microscopía óptica. Los tamaños de partícula de las microcápsulas se midieron y se encontró que estaban en el intervalo de 0,5 a 80 µm.

Ejemplo de referencia 2

Se preparó una segunda composición de microcápsula, es decir, composición 2, por coacervación de BPEI en un agregado para encapsular un aceite de fragancia.

Se pesaron treinta y tres gramos de una fragancia, es decir, Eden AI (disponible en el mercado de International Flavors and Fragrance, Union Beach, NJ) como una fase oleosa. En un vaso de precipitados separado, se mezcló una solución acuosa (57 gramos) que contenía un 1,8 % de FLEXAN II (Akzo Nobel, Bridgewater, NJ) con una solución (10 gramos) de CMC al 1 % en agua para obtener una fase acuosa. La fase oleosa entonces se emulsionó en la fase acuosa para formar una emulsión de aceite en agua con cizallamiento (ULTRA TURRAX, T25 Basic, IKA WERKE) a 6500 rpm durante dos minutos.

Posteriormente, se añadieron 5,6 ml de solución acuosa con poli(poli(ácido 4-estirenosulfónico) (PSS, peso molecular de 75 000 g/mol) al 18 % en peso lentamente en la emulsión con agitación. Después de 30 minutos, se añadieron 3,3 ml de polietilenoimina ramificada (BPEI, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) al 30 % y se agitó durante 30 minutos. Entonces, se añadieron 5 ml de gelatina (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) al 20 % en mezcla constante con un agitador suspendido. Este ciclo de adición de la solución de PSS, la solución de BPEI y después la solución de gelatina se repitió cinco veces para obtener una microcápsula de BPEI que tenía 5 capas de agregado de PSS-BPEI-gelatina que encapsulaba un núcleo de aceite de fragancia.

REIVINDICACIONES

1. Una microcápsula que comprende un núcleo de aceite y una pared de microcápsula que encapsula el núcleo de aceite, en la que

el núcleo de aceite contiene un material activo,

la pared de microcápsula se forma de un polímero encapsulante que es un producto de reacción de (i) una polietilenoimina ramificada, una mezcla de la polietilenoimina ramificada y una amina polifuncional, o una mezcla de la polietilenoimina ramificada y un alcohol polifuncional, y (ii) un reticulante de carbonilo, o una mezcla de un reticulante de carbonilo y un poliisocianato,

el reticulante de carbonilo tiene un primer grupo funcional y un segundo grupo funcional,

el primer grupo funcional es un grupo electrófilo de carbonilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional,

el segundo grupo funcional es un grupo electrófilo reactivo hacia la polietilenoimina ramificada, la amina polifuncional o el alcohol polifuncional,

la polietilenoimina ramificada tiene un peso molecular de 750 a 50 000 dalton,

el reticulante de carbonilo tiene un peso molecular de 50 a 2500 dalton,

la relación molar entre la polietilenoimina ramificada y el reticulante de carbonilo es de 1:20 a 20:1,

el primer grupo funcional es formilo, un grupo haluro de acilo, un grupo anhídrido carboxílico, y

el segundo grupo funcional es formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo haluro de alquilo, un grupo epóxido, un grupo aziridina, un grupo oxetano, un grupo azetidina, un grupo haluro de sulfonilo, un grupo clorofosfato, un grupo isocianato, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo nitrilo α,β -insaturado o un grupo metanosulfonilo α,β -insaturado.

2. La microcápsula de la reivindicación 1, en la que el reticulante de carbonilo es glioxal, 1,3-propanodialdehído, 1,4-butanodialdehído, 1,5-pentanodialdehído, 1,6-hexanodialdehído, aldehído de almidón o una combinación de los mismos.

3. La microcápsula de cualquier reivindicación precedente, que comprende además un auxiliar de depósito seleccionado del grupo que consiste en policuaturnio-4, policuaturnio-5, policuaturnio-6, policuaturnio-7, policuaturnio-10, policuaturnio-16, policuaturnio-22, policuaturnio-24, policuaturnio-28, policuaturnio-39, policuaturnio-44, policuaturnio-46, policuaturnio-47, policuaturnio-53, policuaturnio-55, policuaturnio-67, policuaturnio-68, policuaturnio-69, policuaturnio-73, policuaturnio-74, policuaturnio-77, policuaturnio-78, policuaturnio-79, policuaturnio-80, policuaturnio-81, policuaturnio-82, policuaturnio-86, policuaturnio-88, policuaturnio-101, polivinilamina, polietilenoimina, copolímero de polivinilamina y vinilformamida, y combinaciones de los mismos; en la que el material activo es una fragancia, profragancia, aroma, vitamina o derivado de la misma, agente neutralizante del mal olor, agente antiinflamatorio, fungicida, anestésico, analgésico, activo antimicrobiano, agente antivírico, agente antiinfeccioso, agente antiacné, agente iluminador de la piel, repelente de insectos, emoliente, agente hidratante de la piel, agente de control de las arrugas, agente de protección UV, activo suavizante para ropa, activo limpiador de superficies duras, agente acondicionador de la piel o el cabello, repelente de insectos, repelente de animales, repelente de parásitos, ignirretardante, agente antiestático, sólido inorgánico de tamaño nanométrico a micrométrico, partícula polimérica o elastomérica, o combinación de los mismos.

4. Un método de preparación de una microcápsula como se define en la reivindicación 1, comprendiendo el método:

(a) proporcionar una emulsión de aceite en agua que contiene (i) una polietilenoimina ramificada, una mezcla de la polietilenoimina ramificada y una amina polifuncional, o una mezcla de la polietilenoimina ramificada y un alcohol polifuncional, (ii) un reticulante de carbonilo, o una mezcla del reticulante de carbonilo y un poliisocianato, (iii) una fase oleosa que tiene un material activo, y (iv) una fase acuosa que tiene un auxiliar de formación de microcápsula y agua,

(b) provocar la formación de un precursor de microcápsula que tiene un núcleo de aceite que contiene el material activo y una pared de microcápsula que se forma de un polímero encapsulante, y

(c) curar el precursor de microcápsula para obtener una suspensión de microcápsula que contiene la microcápsula,

en el que

el reticulante de carbonilo contiene un primer grupo funcional y un segundo grupo funcional,

el primer grupo funcional es un grupo electrófilo de carbonilo,

el segundo grupo funcional es un grupo electrófilo,

la polietilenoimina ramificada tiene un peso molecular de 750 a 25 000,

el reticulante de carbonilo tiene un peso molecular de 50 a 2500,

la relación molar entre la amina polifuncional y el reticulante de carbonilo es de 1:20 a 20:1,

el primer grupo funcional es formilo, un grupo haluro de acilo, un grupo anhídrido carboxílico,

el segundo grupo funcional es formilo, ceto, carboxilo, un grupo éster carboxilato, un grupo haluro de acilo, un grupo amida, un grupo anhídrido carboxílico, un grupo haluro de alquilo, un grupo epóxido, un grupo aziridina, un grupo

- oxetano, un grupo azetidina, un grupo haluro de sulfonilo, un grupo clorofosfato, un grupo isocianato, un grupo carbonilo α,β -insaturado, un grupo nitrilo α,β -insaturado o un grupo metanosulfonilo α,β -insaturado, el auxiliar de formación de microcápsula es polivinilpirrolidona, poli(alcohol vinílico), poli(sulfonato de estireno), carboximetilcelulosa, sal sódica de condensado de naftalenosulfonato, copolímero of etileno y anhídrido maleico, un
- 5 alginato, ácido hialurónico, poli(ácido acrílico), carboximetilecelulosa, copolímeros de ácido acrílico y acrilamida, copolímero de acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio, terpolímeros de (ácido acrílico, acrilamida y cloruro de acrilamidopropiltrimonio), polímeros de poli(acetato de vinilo) parcial o completamente hidrolizado, o una combinación de los mismos, y
- 10 el precursor de microcápsula se cura a una temperatura de 20 a 250 °C.
5. El método de la reivindicación 4, que comprende además la etapa de secar por pulverización la suspensión de microcápsula para obtener la microcápsula en una forma de polvo.
- 15 6. La microcápsula de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, o el método de una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 5, en el que el material activo es una fragancia o un aroma.
7. Un producto de consumo que comprende una microcápsula como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 y 6.
- 20 8. El producto de consumo de la reivindicación 7, en el que el producto de consumo es un producto de cuidado del cabello, un producto de cuidado personal, un producto de cuidado de tejidos o un producto de cuidado del hogar.