

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 737 975**

51 Int. Cl.:

B01J 13/08 (2006.01)

A01N 25/28 (2006.01)

A61K 8/11 (2006.01)

C09B 67/00 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.07.2012** **E 12178132 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2019** **EP 2689835**

54 Título: **Encapsulación de aceite aromático**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.01.2020

73 Titular/es:

PAPIERFABRIK AUGUST KOEHLER SE (50.0%)
Hauptstrasse 2
77704 Oberkirch, DE y
SYMRISE AG (50.0%)

72 Inventor/es:

BERTRAM, RALF;
OTT, PATRICK;
KÜHNE, LUTZ;
MEIER, CLAUDIA;
SCHROEDER, JULIEN;
MAHLER, STEPHAN y
JURISCH, CLAUS

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 737 975 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

Encapsulación de aceite aromático

La presente invención se refiere a microcápsulas, que se caracterizan por un comportamiento de liberación especialmente favorable del material del núcleo encerrado en las microcápsulas. Aparte de eso, la presente invención se refiere a una suspensión de tales microcápsulas en un líquido así como a su uso como componente de detergentes líquidos, suavizantes, agentes de limpieza, detergentes en polvo, geles de ducha, champús, desodorantes y/o lociones corporales.

En muchos casos, es deseable que las microcápsulas liberen el componente encerrado en forma de un material de núcleo hidrófobo en condiciones definidas de manera precisa. Así, por ejemplo, en el caso de microcápsulas que contienen sustancias aromáticas, es necesario que las microcápsulas encierren de manera estable las sustancias aromáticas generalmente muy sensibles a la oxidación durante el almacenamiento, y que solamente en el instante del desarrollo de fragancia deseado se realice una rotura de las microcápsulas originada por acción mecánica.

Muchos artículos de la vida cotidiana, tales como, por ejemplo, agentes de limpieza, suavizantes, detergentes en polvo, detergentes líquidos, geles de ducha, champús, desodorantes, lociones corporales, etc. están perfumados hoy en día con fragancias o mezclas de fragancias. Muy frecuentemente se producen interacciones de las fragancias con otros constituyentes de la formulación o una evaporación prematura de los componentes más volátiles de una perfumación. Por regla general, esto da como resultado que la impresión de fragancia de la perfumación cambia o desaparece completamente.

La microencapsulación de tales mezclas de fragancias ofrece la posibilidad de reducir o evitar completamente las interacciones en el producto perfumado o la evaporación de los ingredientes más volátiles.

Habitualmente, las microcápsulas de núcleo/envoltura se preparan dispersando finamente el material de núcleo en una fase acuosa. A continuación, durante el procedimiento de coacervación, el material de pared de la fase que rodea las gotas de esencia (fase acuosa) se deposita sobre la gota de esencia. Por eso, el tamaño de las gotas de esencia determina directamente el tamaño de los núcleos de cápsula posteriores. Muy frecuentemente, en el caso de tales coacervaciones se utilizan aminoplastos como material de pared. Estos aminoplastos se basan muy frecuentemente en la condensación de melamina y formaldehído u otros componentes de amina o aldehídos. Los procedimientos para producir tales microcápsulas son suficientemente conocidos.

Tales microcápsulas ya se utilizan en detergentes líquidos y suavizantes. En este contexto, cabe mencionar en este caso las publicaciones US 2010/40884 (empresa Appleton); WO 2003/2699, WO 2006/121639, WO 2008/5693, US 2008/295256, US 2010/0279916 (empresa Colgate Palmolive); WO 2006/131846 (empresa Firmenich); *Chimia* 2011, 65, n.º 3 177-181 (Bône *et al.*), WO 2008/98387, WO 2009/100553 (empresa Givaudan); WO 2010/060677, WO 2010/28907, WO 2010/43452 (empresa Henkel); EP 1797946, EP 1797947, US 2009/258042 (empresa International Flavours and Fragrances); WO 2009/047745, WO 2010/114753 (empresa Procter & Gamble); EP 2204155 (empresa Takasago); WO 2011/120772 (empresa Unilever).

Esto significa que un suavizante que contiene la cápsula o un detergente líquido que contiene la cápsula debería otorgar a la ropa tratada con ello un olor de mayor duración que si el aceite aromático estuviera libre, o al frotar o sacudir la ropa debería provocar una oleada de olor. Las cápsulas deben adherirse lo mejor posible al tejido textil, romperse bajo tensión mecánica y liberar el aceite aromático contenido. Las relaciones óptimas entre el tamaño de la cápsula y la estabilidad de la cápsula se determinan mediante ensayos de aplicación prácticos. La reticulación estrecha, como la que está presente, por ejemplo, en aminoplastos a base de melamina y formaldehído, es el origen de la alta estanqueidad de esta pared de la cápsula en un medio acuoso que contiene surfactante (suavizante, detergente líquido).

El documento EP 0 321 750 A1 revela microcápsulas con una distribución del tamaño de partícula que presenta dos máximos, encontrándose el máximo principal del tamaño de partícula en aproximadamente 5 µm y encontrándose un máximo secundario de la distribución del tamaño de partícula en aproximadamente 0,7 µm, y ascendiendo el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a $\leq 1/4$ del tamaño de partícula del máximo principal, es decir, aproximadamente a $1/4 \cdot 5 = 1,25$ µm, a ≥ 25 % del volumen total de las microcápsulas.

Se ha demostrado que las microcápsulas propuestas hasta ahora en el estado de la técnica presentan una estabilidad de almacenamiento que todavía no es suficiente para muchas aplicaciones. En este contexto, se remite al documento WO 01/49817, que describe preparaciones de microcápsulas que describen microcápsulas con un núcleo de un material hidrófobo que comprende al menos una sustancia aromática o fragancia.

En particular, cuando se usan tales microcápsulas con aceites aromáticos encerrados en detergentes líquidos o suavizantes, se observa que al almacenar esta composición durante un período prolongado, se produce una liberación considerable de la sustancia aromática, lo cual, naturalmente, da como resultado una menor liberación de olor en el lugar de acción deseado, a saber, la ropa lavada. Aparte de eso, en el caso de las microcápsulas descritas hasta ahora en el estado de la técnica con encapsulación de aceites aromáticos, se ha demostrado que las sustancias de

olor no pueden liberarse en la medida deseada frotando la ropa tratada.

Ante este trasfondo, la presente invención se basó en el objetivo de proporcionar microcápsulas que presentan una mayor estabilidad de almacenamiento. En particular, la presente invención se basó en el objetivo de proporcionar microcápsulas que, durante el almacenamiento en forma de suspensiones líquidas de las microcápsulas, tal como, por ejemplo, en detergentes o suavizantes, están sujetas a una menor liberación de los ingredientes, en particular en forma de sustancias aromáticas. Otro objetivo de la presente invención consistió en proporcionar microcápsulas con un aceite aromático hidrófobo como material del núcleo, que, después de la aplicación sobre ropa, muestran un comportamiento de liberación favorable de los aceites aromáticos al frotar la ropa tratada.

De acuerdo con la invención, el objetivo mencionado se logra por microcápsulas con una distribución del tamaño de partícula relacionada con el volumen que presenta al menos dos máximos, encontrándose el máximo principal del tamaño de partícula en el intervalo de 10 a 50 μm y encontrándose un máximo secundario de la distribución del tamaño de partícula de 1 a 6 μm , y ascendiendo el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a $\leq$ un cuarto del tamaño de partícula del máximo principal, a ≥ 20 % del volumen total de las microcápsulas.

Así, una característica esencial de las microcápsulas de acuerdo con la invención es la relación en porcentaje de volumen de los rangos de tamaño de partícula entre sí.

Esto debería ilustrarse en lo sucesivo mediante la ilustración mostrada en la figura 1: La figura 1 muestra una gráfica del tamaño de partícula de las microcápsulas frente a la parte porcentual del respectivo tamaño de partícula. En la figura 1, la línea recta G intersecta el gráfico en el punto B en un cuarto del tamaño de partícula del máximo principal. El volumen de la cápsula a la izquierda de este punto B asciende a $\geq$ aproximadamente el 20 % del volumen total de todas las cápsulas. Estas relaciones de volumen pueden deducirse de los datos sin procesar de los porcentajes de volumen. Más común es la representación inversa, al indicarse, por ejemplo, el diámetro de partícula medio, por debajo del cual se encuentra el 90 % del volumen de partículas, el denominado valor d_{90} .

Sorprendentemente, se ha demostrado que con detergentes líquidos o suavizantes que contienen las cápsulas de acuerdo con la invención, la ropa lavada presenta una liberación de olor más fuerte después de frotar que la ropa que se ha lavado con detergente líquido o suavizante que contiene las cápsulas de melamina-formaldehído de acuerdo con el estado de la técnica. Mediante los datos físicos como máximo de cápsula, espesor de pared y contenido de aceite libre, las cápsulas de acuerdo con la invención no difieren significativamente de las microcápsulas del estado de la técnica. Por eso, puede partirse de la base de que la distribución del tamaño de partícula mencionada es la causa de la liberación de olor mejorada.

Sin embargo, a partir de las distribuciones del tamaño de partícula de las dispersiones de cápsulas de acuerdo con la invención, es evidente que contienen considerablemente más porcentaje fino (cápsulas pequeñas y gránulos de polímero) que las cápsulas de la competencia. La mayoría de las curvas de distribución del tamaño de partícula son bimodales. Como límite entre el pico secundario (porcentaje fino) y el pico principal de la cápsula, se define el mínimo de la curva entre el máximo principal y el máximo secundario. Al tercer pico que se produce en algunos lotes de cápsulas en el intervalo extraordinariamente fino no se le concede ninguna importancia. Siempre que esté presente un mínimo entre los picos principales y secundarios, se encuentra entre el 25 % y el 28,5 % del diámetro del máximo principal. Para poder efectuar una declaración sobre la relación de porcentaje fino (cápsulas pequeñas y gránulos de polímero) respecto a la cápsula principal incluso en el caso de cápsulas monomodales, el límite se define en un diámetro de partícula entre el 25 % y el 28,5 % del máximo de la curva.

Con ayuda de un aparato de medición del tamaño de partículas, que toma fotografías individuales de todas las partículas de una muestra, determina su diámetro y evalúa estadísticamente los datos, puede comprobarse que, en el caso de las partículas en el intervalo límite entre el máximo principal y el secundario, se trata principalmente de microcápsulas. El máximo secundario también consta predominantemente de microcápsulas. El tamaño de partícula del denominado gránulo de polímero, que se produce como subproducto en este tipo de microencapsulación, se encuentra predominantemente $< 3 \mu\text{m}$. No pueden hacerse declaraciones más precisas sobre las relaciones de cantidad entre cápsulas pequeñas y gránulo de polímero.

No se conoce una explicación exactamente demostrable de por qué ocurre una bimodalidad en la mayoría de las curvas de distribución del tamaño de partícula. Una explicación frecuente es que los procesos de aglomeración de las cápsulas pequeñas da ello como resultado. Una emulsión de aceite antes de la encapsulación demuestra una bimodalidad esencialmente más débil en su curva de distribución del tamaño de partícula.

En conjunto, la mezcla de cápsulas grandes y pequeñas, aglomerados y gránulos de polímero típicamente presente en las cápsulas de acuerdo con la invención da como resultado un mejor efecto de la cápsula en las aplicaciones finales. Esto es una oleada de olor más fuerte después de frotar una ropa tratada con detergentes líquidos o suavizantes que contienen las cápsulas de acuerdo con la invención.

Sin querer estar ligado a una teoría, los inventores sospechan que la presencia de partículas más pequeñas simplifica una rotura de cápsulas que contienen un aceite aromático hidrofóbico por el frotado de la ropa.

No es posible cuantificar exactamente la cantidad de aceite aromático encapsulado en una prenda de ropa lavada, puesto que no se puede separar cuantitativamente las microcápsulas que se adhieren a ello, o las microcápsulas en la ropa no se pueden destruir cuantitativamente.

En una forma de realización especialmente preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención se caracterizan por que el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a $\leq$ un cuarto del tamaño de partícula del máximo principal, a aproximadamente $\geq 22\%$, en particular a aproximadamente $\geq 25\%$, del volumen total de las microcápsulas.

Se ha demostrado que se logran resultados especialmente buenos si las microcápsulas de acuerdo con la invención están diseñadas de manera que el máximo principal de la distribución del tamaño de partícula es de 15 a $40\ \mu\text{m}$ y un máximo secundario de la distribución del tamaño de partícula es de 1 a $6\ \mu\text{m}$, en particular de $1,5$ a $4\ \mu\text{m}$, más preferentemente de 2 a $3,5\ \mu\text{m}$.

En una forma de realización especialmente preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención están diseñadas de manera que el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a ≤ 6 micrómetros, asciende a aproximadamente $\geq 20\%$, del volumen total de las microcápsulas. En una forma de realización más preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención están diseñadas de manera que el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a ≤ 6 micrómetros, asciende a aproximadamente $\geq 22\%$, en particular a aproximadamente $\geq 25\%$, del volumen total de las microcápsulas.

Como material de pared de cápsula, en las microcápsulas de acuerdo con la invención puede utilizarse cualquier material que sea adecuado para la formación de microcápsulas. Preferentemente, en el caso del material de pared de cápsula de las microcápsulas, se trata de un aminoplasto. En una forma de realización especialmente preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención están diseñadas de manera que las microcápsulas presentan una pared de cápsula de una resina de melamina-formaldehído metilada y/o resina de urea-formaldehído y/o productos de reacción de aldehídos con tiourea, N-alquilourea, guanidina, acetoguanamina, benzoguanamina, capronoguanamina, cianamina, dicianidamida y/o alquil/arilsulfonamida.

Como material del núcleo de las microcápsulas de acuerdo con la invención se considera cualquier material que sea adecuado para la inclusión en microcápsulas. Preferentemente, las microcápsulas de acuerdo con la invención presentan un material de núcleo de al menos un material fundamentalmente insoluble en agua. En una forma de realización especialmente preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención están diseñadas de manera que las microcápsulas presentan un material de núcleo que comprende un aceite aromático hidrofóbico, un pesticida, un biocida, un insecticida, una sustancia del grupo de los repelentes, un principio activo cosmético, un colorante o mezclas de colorante, pinturas fluorescentes, blanqueadores ópticos, disolventes, ceras, aceites de silicona, lubricantes, monómeros para polimerizaciones o policondensaciones, plásticos reactivos, por ejemplo, adhesivos para mono y multicomponentes, componentes de barniz, retardantes de llama, dispersiones de pigmentos en disolventes orgánicos, sustancias aromáticas y/o productos agroquímicos.

En una forma de realización preferente, las microcápsulas de acuerdo con la invención presentan un material de núcleo en forma de un aceite aromático hidrófobo, conteniendo este material de núcleo una o varias fragancias, seleccionadas del grupo que consta de:

- extractos de materias primas naturales, tales como aceites esenciales, hormigones, absolutos, resinas, resinoides, bálsamos, tinturas tales como, por ejemplo, la tintura de ámbar gris; esencia de amiris; esencia de semilla de angélica; esencia de raíz de angélica; esencia de anís; esencia de valeriana; esencia de albahaca; absoluto de musgo de árbol; esencia de malagueta; esencia de artemisa; resina de benzoe; esencia de bergamota; absoluto de cera de abejas; esencia de alquitrán de abedul; esencia de almendra amarga; esencia de ajedrea; esencia de hojas de buchu; esencia de cabreuva; esencia de cade; esencia de cáalamo; esencia de alcanfor; esencia de cananga; esencia de cardamomo; esencia de cascarilla; esencia de cassia; absoluto de cassia; absoluto de castóreo; esencia de hojas de cedro; esencia de madera de cedro; esencia de jara; esencia de citronela; esencia de limón; bálsamo de copaiba; esencia de bálsamo de copaiba; esencia de cilantro; esencia de raíz de costus; esencia de comino; esencia de ciprés; esencia de davana; esencia de hierba de eneldo; esencia de semilla de eneldo; absoluto de eau de brouts; absoluto de musgo de roble; esencia de elemí; esencia de estragón; esencia de eucalipto citriodora; esencia de eucalipto; esencia de hinojo; esencia de aguja de picea; esencia de gálbano; resina de gálbano; esencia de geranio; esencia de pomelo; esencia de palo santo; bálsamo de gurjun; esencia de bálsamo de gurjun; absoluto de helicriso; esencia de helicriso; esencia de jengibre; absoluto de raíz de iris; esencia de raíz de iris; absoluto de jazmín; esencia de cáalamo; esencia de manzanilla azul; esencia de manzanilla romana; esencia de semilla de zanahoria; esencia de cascarilla; esencia de aguja de pino; esencia de hierbabuena; esencia de alcaravea; esencia de ládano; absoluto de ládano; resina de ládano; absoluto de lavandín; esencia de lavandín; absoluto de lavanda; esencia de lavanda; esencia de hierba de limón; esencia de levístico; esencia de lima destilado; esencia de lima prensado; esencia de aloe vera; esencia de Litsea cubeba; esencia de hojas de laurel; esencia de macis; esencia de mejorana; esencia de mandarina, esencia de corteza de massoi; absoluto de mimosa; esencia de granos de almizcle; tintura de almizcle; esencia de esclárea; esencia de nuez moscada;

- absoluto de mirra; esencia de mirra; esencia de mirto; esencia de hojas de clavel; esencia de flores de clavel; esencia de neroli; absoluto de olíbano; esencia de olíbano; esencia de opopanax; absoluto de flores de naranjo; esencia de naranja; esencia de orégano; esencia de palmarosa; esencia de pachulí; esencia de perilla; esencia de bálsamo del Perú; esencia de hojas de perejil; esencia de semilla de perejil; esencia de petitgrain; esencia de menta piperita; esencia de pimienta; esencia de pimienta de Jamaica; esencia de pino; esencia de poleo; absoluto de rosa; esencia de palo de rosa; esencia de rosa; esencia de romero; esencia de salvia dalmata; esencia de salvia española; esencia de sándalo; esencia de semilla de apio; esencia de espiga de lavanda; esencia de anís estrellado; esencia de styrax; esencia de tagetes; esencia de aguja de pino; esencia de árbol de té; esencia de trementina; esencia de tomillo; bálsamo de Tolú; absoluto de haba tonka; absoluto de nardo; extracto de vainilla; absoluto de hojas de violeta; esencia de verbena; esencia de vetiver; esencia de bayas de enebro; esencia de levadura de vino; esencia de ajeno; esencia de pirola; esencia de ylang-ylang; esencia de hisopo; absoluto de algalia; esencia de hojas de canela; esencia de corteza de canela así como fracciones de los mismos, o ingredientes aislados de ellos;
- 5
- 10
- 15 - fragancias individuales del grupo de los hidrocarburos, tales como, por ejemplo, 3-careno; alfa-pineno; beta-pineno; alfa-terpineno; gamma-terpineno; p-cimeno; bisaboleno; canfeno; cariofileno; cedreno; farneseno; limoneno, longifoleno; mirceno; ocimeno; valenceno; (E, Z)-1,3,5-undecatrieno; estireno, difenilmetano;
- 20 - aldehídos alifáticos y sus acetales, tales como, por ejemplo, hexanal; heptanal; octanal; nonanal; decanal; undecanal; dodecanal; tridecanal; 2-metiloctanal; 2-metilnonanal; (E)-2-hexenal; (Z)-4-heptenal; 2,6-dimetil-5-heptenal; 10-undecenal; (E)-4-decenal; 2-dodecenal; 2,6,10-trimetil-9-undecenal; 2,6,10-trimetil-5,9-undecadienal; heptanaldietilacetil; 1,1-dimetoxi-2,2,5-trimetil-4-hexeno; citroneliloxiacetaldehído; 1-(1-metoxi-propoxi)-(E/Z)-3-hexeno;
- 25 - cetonas alifáticas y sus oximas tales como, por ejemplo, 2-heptanona; 2-octanona; 3-octanona; 2-nonanona; 5-metil-3-heptanona; oxima de 5-metil-3-heptanona; 2,4,4,7-tetrametil-6-octen-3-ona; 6-metil-5-hepten-2-ona;
- 30 - compuestos alifáticos que contienen azufre, tales como, por ejemplo, 3-metiltio-hexanol; acetato de 3-metiltiohexilo; 3-mercaptohexanol; acetato de 3-mercaptohexilo; butirato de 3-mercaptohexilo; acetato de 3-acetiltiohexilo; 1-menteno-8-tiol;
- 35 - nitrilos alifáticos tales como, por ejemplo, ácido 2-nonenonitrilo; ácido 2-undecenonitrilo; ácido 2-tridecenonitrilo; ácido 3,12-tridecadienonitrilo; ácido 3,7-dimetil-2,6-octadienonitrilo; 3,7-dimetil-6-octenonitrilo;
- 40 - ésteres de ácidos carboxílicos alifáticos, tales como, por ejemplo, formiato de (E)- y (Z)-3-hexenilo; acetoacetato de etilo; acetato de isoamilo; acetato de hexilo; acetato de 3,5,5-trimetilhexilo; acetato de 3-metil-2-butenilo; acetato de (E)-2-hexenilo; acetato de (E)- y (Z)-3-hexenilo; acetato de octilo; acetato de 3-octilo; acetato de 1-octen-3-ilo; butirato de etilo; butirato de butilo; butirato de isoamilo; butirato de hexilo; isobutirato de (E)- y (Z)-3-hexenilo; crotonato de hexilo; isovalerato de etilo; pentanoato de etil-2-metilo; hexanoato de etilo; hexanoato de alilo; heptanoato de etilo; heptanoato de alilo; octanoato de etilo; etil-(E,Z)-2,4-decadienoato; en particular, decadienoato de etil-2-trans-4-cis; metil-2-octinato; metil-2-noninato; oxiacetato de alil-2-isoamilo; metil-3,7-dimetil-2,6-octadienoato; 4-metil-2-pentil-crotonato;
- 45 - formiatos, acetatos, propionatos, isobutiratos, butiratos, isovalerianatos, pentanoatos, hexanoatos, crotonatos, tiglinatos, y 3-metil-2-butenos de alcoholes terpénicos acíclicos tales como, por ejemplo, citrónelol; geraniol; nerol; linalool; lavandulol; nerolidol; farnesol; tetrahidrolinalool; tetrahidrogeraniol; 2,6-dimetil-7-octen-2-ol; 2,6-dimetil-2-octen-2-ol; 2-metil-6-metilen-7-octen-2-ol; 2,6-dimetil-5,7-octadien-2-ol; 2,6-dimetil-3,5-octadien-2-ol; 3,7-dimetil-4,6-octadien-3-ol; 3,7-dimetil-1,5,7-octatrien-3-ol; 2,6-dimetil-2,5,7-octatrien-1-ol;
- 50 - aldehídos y cetonas terpénicos acíclicos tales como, por ejemplo, geranial; neral; citrónelal; 7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal; 7-metoxi-3,7-dimetiloctanal; 2,6,10-trimetil-9-undecenal; acetona de geraniol así como sus acetales de dimetilo y dietilo; en particular los acetales dimetilo y dietilo de geranial, neral, 7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal;
- 55 - formiatos, acetatos, propionatos, isobutiratos, butiratos, isovalerianatos, pentanoatos, hexanoatos, crotonatos, tiglinatos y 3-metil-2-butenos de alcoholes terpénicos cíclicos tales como, por ejemplo, mentol; isopulegol; alfa-terpineol; terpinenol-4; mentan-8-ol; mentan-1-ol; mentan-7-ol; borneol; isoborneol; óxido de linalool; nopol; cedrol; ambrinol; vetiverol; guaíol;
- 60 - aldehídos y cetonas terpénicos cíclicos tales como, por ejemplo, mentona; isomentona; 8-mercaptometan-3-ona; carvona; alcanfor; fenchona; alfa-ionona; beta-ionona; alfa-n-metilionona; beta-n-metilionona; alfa-isometilionona; beta-isometilionona; alfa-irona; alfa-damascona; beta-damascona; beta-damascenona; delta-damascona; gamma-damascona; 1-(2,4,4-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-2-buten-1-ona; 1,3,4,6,7,8a-hexahidro-1,1,5,5-tetrametil-2H-2,4a-metanonaftalen-8(5H)-ona;
- 65 2-metil-4-(2,6,6-trimetil-1-ciclohexen-1-il)-2-butenal; nootkatona; dihidronootkatona; 4,6,8-megastigmatrien-3-ona; alfa-sinensal; beta-sinensal; esencia de madera de cedro acetilado (metilcedrilcetona);

- 5 - éteres cíclicos y cicloalifáticos tales como, por ejemplo, cineol; cedrilmetiléter; ciclododecilmiléter; 1,1-dimetoxiciclododecano; (etoximetoxi)ciclododecano; alfa-epóxido de cedreno; 3a,6,6,9a-tetrametildodecahidronafto[2,1-b]furano; 3a-etil-6,6,9a-trimetildodecahidronafto[2,1-b]furano; 1,5,9-trimetil-13-oxabicyclo[10.1.0]trideca-4,8-dieno; óxido de rosa; 2-(2,4-dimetil-3-ciclohexen-1-il)-5-metil-5-(1-metilpropil)-1,3-dioxano;
- 10 - cetonas cíclicas y macrocíclicas tales como, por ejemplo, 4-*terc.*-butilciclohexanona; 2,2,5-trimetil-5-pentilciclopentanona; 2-heptilciclopentanona; 2-pentilciclopentanona; 2-hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona; 3-metil-cis-2-penten-1-il-2-ciclopenten-1-ona; 3-metil-2-pentil-2-ciclopenten-1-ona; 3-metil-4-ciclopentadecanona; 3-metil-5-ciclopentadecanona; 3-metilciclopentadecanona; 4-(1-etoxivinil)-3,3,5,5-tetrametilciclohexanona; 4-*terc.*-pentilciclohexanona; 5-ciclohexadecen-1-ona; 6,7-dihidro-1,1,2,3,3-pentametil-4(5H)-indanona; 8-ciclohexadecen-1-ona; 7-ciclohexadecen-1-ona; (7/8)-ciclohexadecen-1-ona; 9-cicloheptadecen-1-ona; ciclopentadecanona; ciclohexadecanona;
- 15 - aldehídos cicloalifáticos tales como, por ejemplo, 2,4-dimetil-3-ciclohexencarbaldehído; 2-metil-4-(2,2,6-trimetilciclohexen-1-il)-2-butenal; 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexencarbaldehído; 4-(4-metil-3-penten-1-il)-3-ciclohexencarbaldehído;
- 20 - cetonas cicloalifáticas tales como, por ejemplo, 1-(3,3-dimetilciclohexil)-4-penten-1-ona; 2,2-dimetil-1-(2,4-dimetil-3-ciclohexen-1-il)-1-propanona; 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona; 2,3,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-2-naftalenilmeilcetona; metil-2,6,10-trimetil-2,5,9-ciclododecatrienilcetona; *terc.*-butil-(2,4-dimetil-3-ciclohexen-1-il)cetona;
- 25 - ésteres de alcoholes cíclicos tales como, por ejemplo, acetato de 2-*terc.*-butilciclohexilo; acetato de 4-*terc.*-butilciclohexilo; acetato de 2-*terc.*-pentilciclohexilo, acetato de 4-*terc.*-pentilciclohexilo, acetato de 3,3,5-trimetilciclohexilo; acetato de decahidro-2-naftilo; crotonato de 2-ciclopentilciclopentilo; acetato de 3-pentiltetrahidro-2H-piran-4-ilo; acetato de decahidro-2,5,5,8a-tetrametil-2-naftilo; 4,7-metano-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-5, o acetato de 6-indenilo; 4,7-metano-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-5, o propionato de 6-indenilo; 4,7-metano-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-5, o isobutirato de 6-indenilo; 4,7-metanooctahidro-5, o acetato de 6-indenilo;
- 30 - ésteres de alcoholes cicloalifáticos, tales como, por ejemplo, crotonato de 1-ciclohexiletilo;
- 35 - ésteres de ácidos carboxílicos cicloalifáticos tales como, por ejemplo, propionato de alil-3-ciclohexilo; acetato de alilciclohexiloxi; jasmonato de cis- y trans-metildihidro; jasmonato de cis- y trans-metilo; carboxilato de metil-2-hexil-3-oxociclopentano; carboxilato de etil-2-etil-6,6-dimetil-2-ciclohexeno; carboxilato de etil-2,3,6,6-tetrametil-2-ciclohexeno; etil-2-metil-1,3-dioxolan-2-acetato;
- 40 - ésteres de alcoholes aralifáticos y ácidos carboxílicos alifáticos tales como, por ejemplo, acetato de bencilo; propionato de bencilo; isobutirato de bencilo; isovalerianato de bencilo; acetato de 2-feniletilo; propionato de 2-feniletilo; isobutirato de 2-feniletilo; isovalerianato de 2-feniletilo; acetato de 1-feniletilo; acetato de alfa-triclorometilbencilo; acetato de alfa,alfa-dimetilfeniletilo; butirato de alfa,alfa-dimetilfeniletilo; acetato de cinamilo; isobutirato de 2-fenoxietilo; acetato de 4-metoxibencilo;
- 45 - éteres aralifáticos tales como, por ejemplo, 2-feniletilmetiléter; 2-feniletilisoamiléter; 2-feniletil-1-etoxietiléter; dimetilacetal de fenilacetaldehído; dietilacetal de fenilacetaldehído; dimetilacetal de hidratropaaldehído; glicerolcetal de fenilacetaldehído; 2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano; 4,4a,5,9b-tetrahidroindeno[1,2-d]-m-dioxina; 4,4a,5,9b-tetrahidro-2,4-dimetilindeno[1,2-d]-m-dioxina;
- 50 - aldehídos aromáticos y aralifáticos tales como, por ejemplo, benzaldehído; fenilacetaldehído; 3-fenilpropanal; hidratropaaldehído; 4-metilbenzaldehído; 4-metilfenilacetaldehído; 3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal; 2-metil-3-(4-isopropilfenil)propanal; 2-metil-3-(4-*terc.*-butilfenil)propanal; 2-metil-3-(4-isobutilfenil)propanal; 3-(4-*terc.*-butilfenil)propanal; aldehído cinámico; aldehído alfa-butilcinámico; aldehído alfa-amilcinámico; aldehído alfa-hexilcinámico; 3-metil-5-fenilpentanal; 4-metoxibenzaldehído; 4-hidroxi-3-metoxibenzaldehído; 4-hidroxi-3-etoxibenzaldehído; 3,4-metilendioxibenzaldehído; 3,4-dimetoxibenzaldehído; 2-metil-3-(4-metoxifenil)propanal; 2-metil-3-(4-metilendioxifenil)propanal;
- 55 - cetonas aromáticas y aralifáticas tales como, por ejemplo, acetofenona; 4-metilacetofenona; 4-metoxiacetofenona; 4-*terc.*-butilo-2,6-dimetilacetofenona; 4-fenil-2-butanona; 4-(4-hidroxifenil)-2-butanona; 1-(2-naftalenil)etanona; 2-benzofuraniletanona; (3-metil-2-benzofuranil)etanona; benzofenona, 1,1,2,3,3,6-hexametil-5-indanilmetilcetona; 6-*terc.*-butil-1,1-dimetil-4-indanilmetilcetona; 1- [2,3-dihidro-1,1,2,6-tetrametil-3- (1-metiletil)-1H-5-indenil]etanona; 5',6',7',8'-tetrahidro-3',5',5',6',8',8'-hexametil-2-acetonaftona;
- 60 - ácidos carboxílicos aromáticos y aralifáticos y sus ésteres, tales como, por ejemplo, ácido benzoico; ácido fenilacético; benzoato de metilo; benzoato de etilo; benzoato de hexilo; benzoato de bencilo, fenilacetato de metilo; fenilacetato de etilo; fenilacetato de geranilo; fenilacetato de feniletilo; cinamato de metilo; cinamato de etilo; cinamato de bencilo, cinamato de feniletilo; cinamato de cinamilo; fenoxiacetato de alilo; salicilato de metilo;
- 65

salicilato de isoamilo; salicilato de hexilo; salicilato de ciclohexilo; salicilato de cis-3-hexenilo; salicilato de bencilo; salicilato de feniletilo; metil-2,4-dihidroxi-3,6-dimetilbenzoato; etil-3-fenilglicidato; etil-3-metil-3-fenilglicidato;

- compuestos aromáticos que contienen nitrógeno, tales como, por ejemplo, 2,4,6-trinitro-1,3-dimetil-5-*terc.*-butilbenceno; 3,5-dinitro-2,6-dimetil-4-*terc.*-butilacetofenona; nitrilo de ácido cinámico; nitrilo de ácido 3-metil-5-fenil-2-pentenoico; nitrilo de ácido 3-metil-5-fenilpentenoico; antranilato de metilo; antranilato de metil-N-metilo; -bases de Schiff de antranilato de metilo con 7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal, 2-metil-3-(4-*terc.*-butilfenil)propanal o 2,4-dimetil-3-ciclohexencarbaldehído; 6-isopropilquinolina; 6-isobutilquinolina; 6-*sec.*-butilquinolina; 2-(3-fenilpropil)piridina; indol; escatol; 2-metoxi-3-isopropilpirazina; 2-isobutil-3-metoxipirazina;

- éteres fenílicos y ésteres fenílicos tales como, por ejemplo, estragol; anetol; metiléter de eugenol; metiléter de isoeugenol; difeniléter; metiléter de beta-naftilo; etiléter de beta-naftilo; isobutiléter de beta-naftilo; 1,4-dimetoxibenceno; acetato de eugenol; acetato de p-cresilfenil;

- compuestos heterocíclicos tales como, por ejemplo, 2,5-dimetil-4-hidroxi-2H-furan-3-ona; 2-etil-4-hidroxi-5-metil-2H-furan-3-ona; 3-hidroxi-2-metil-4H-piran-4-ona; 2-etil-3-hidroxi-4H-piran-4-ona; y

- dihidrocoumarina; octahidrocoumarina; lactonas tales como, por ejemplo, 1,4-octanolida; 3-metil-1,4-octanolida; 1,4-nonanolida; 1,4-decanolida; 8-decen-1,4-olida; 1,4-undecanolida; 1,4-dodecanolida; 1,5-decanolida; 1,5-dodecanolida; 4-metil-1,4-decanolida; 1,15-pentadecanolida; cis- y trans-11-pentadecen-1,15-olida; cis- y trans-12-pentadecen-1,15-olida; 1,16-hexadecanolida; 9-hexadecen-1,16-olida; 10-oxa-1,16-hexadecanolida; 11-oxa-1,16-hexadecanolida; 12-oxa-1,16-hexadecanolida; etilen-1,12-dodecanodioato; etilen-1,13-tridecandioato; cumarina; 2,3-dihidrocoumarina; octahidrocoumarina;

Un criterio importante para la aplicabilidad de las microcápsulas es la relación en peso del material del núcleo respecto al material de pared de cápsula. Mientras que, por una parte, se aspira al mayor porcentaje posible de material de núcleo para posibilitar el mayor valor de uso posible de las cápsulas, por otro lado, es necesario que la cápsula presente un porcentaje aún suficiente de material de pared de cápsula para que esté garantizada la estabilidad de las cápsulas.

De acuerdo con la invención, ha resultado ser especialmente ventajoso que las microcápsulas estén diseñadas de manera que las microcápsulas presenten una relación en peso de material de núcleo respecto al material de pared de cápsula que se encuentra aproximadamente de 50-90 a 50-10, en particular aproximadamente de 70-80 a 30-20.

Una forma de uso especialmente adecuada de las microcápsulas de acuerdo con la invención consiste en adicionarlas mezclando al producto final en forma de una suspensión. Por eso, la presente invención también se refiere a una suspensión de las microcápsulas anteriormente descritas en un líquido, en particular en agua. Una tal suspensión presenta propiedades especialmente ventajosas si está diseñada de manera que el porcentaje en peso de las microcápsulas se encuentra aproximadamente del 20 al 60 % en peso, en particular aproximadamente del 25 al 50 % en peso, con mayor preferencia aproximadamente del 30 al 35 % en peso.

Para evitar una mezcla de una tal suspensión y lograr por lo tanto una alta estabilidad de almacenamiento, ha resultado ser ventajoso que la suspensión presente una viscosidad de 12 a 1500 mPas. Para obtener la viscosidad deseada de la suspensión, se utiliza preferentemente un espesante.

Resultan especialmente adecuadas las microcápsulas de acuerdo con la invención para la inclusión de aceites aromáticos hidrófobos que luego pueden utilizarse en distintos productos de limpieza.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere en particular al uso de las microcápsulas descritas como constituyentes de detergentes líquidos, suavizantes, agentes de limpieza, detergentes en polvo, geles de ducha, champús, desodorantes y/o lociones corporales.

En una forma de realización preferente, el uso se realiza de manera que en la suspensión como se describe anteriormente de las microcápsulas de acuerdo con la invención en un líquido, en primer lugar se extrae el agua en particular mediante secado por pulverización y las microcápsulas así secadas se añaden al producto.

Para poder determinar la distribución del tamaño de partícula de las microcápsulas, y de ello poder determinar las relaciones de intervalos de tamaño de las partículas, en el sentido de la presente invención se utiliza el siguiente procedimiento: La medición de la distribución del tamaño de partícula se realizó con ayuda de difracción láser. Para ello, se usó un Mastersizer 2000 (empresa Malvern Instruments, Worcestershire, Reino Unido), que está equipado con una unidad de dispersión de líquidos Hydro 2000SM. La unidad de dispersión dispone de un agitador mecánico.

Para la medición, una cantidad suficiente de la muestra se dispersó en agua con ayuda de la unidad de dispersión y se midió.

Los datos sin procesar se evaluaron a continuación con ayuda del *software* Mastersizer 2000 versión 5.54 incluido. Como modelo óptico para determinar el tamaño de partícula de este *software*, se usó la teoría de Mie.

Se ha demostrado que la utilización de microcápsulas de acuerdo con la invención, en las que están encapsuladas aceites aromáticos hidrófobos, en comparación con las microcápsulas conocidas por el estado de la técnica, da como resultado ventajas considerables. Esto también se ha demostrado en particular mediante pruebas sensoriales, que se

5 llevaron a cabo con ropa que se trató con microcápsulas que contienen sustancias de olor de acuerdo con la presente invención o con microcápsulas del estado de la técnica en forma de un suavizante o de una formulación de detergente líquido que contiene las microcápsulas. En la evaluación sensorial, se efectuó una evaluación de olor de la prenda de ropa sin y con fricción y se evaluó con una escala de clasificaciones.

10 La invención descrita anteriormente se explicará con más detalle en lo sucesivo mediante ejemplos.

Ejemplo 1

Preparación de una microcápsula de acuerdo con la invención

15 En un vaso de precipitados cilíndrico de 1 litro, se diluyen 28,95 g de una solución al 40 % de un precondensado de melamina-formaldehído sulfonado (por ejemplo: Melapret AAS 40 M, empresa Melamine kemična tovarna d.d., Kočevje) a aproximadamente 22 °C con 146,50 g de agua. Mientras se agita con un agitador de alta velocidad (IKA Eurostar power control visc 6000 con la herramienta de agitación R1402 (disco de disolución con eje de precisión) a 20 2400 rpm, se añaden 32,47 g de una solución acuosa de un precondensado de melamina-formaldehído cationizado (por ejemplo, Melapret KMS 30 N, empresa Melamine kemična tovarna d.d., Kočevje) que se obtuvo disolviendo 7,90 g de una solución al 30 % del mismo en 24,57 g de agua y se agitó durante 30 s. Inmediatamente después, sin interrupción de la agitación a todavía 2400 rpm, a esta solución a aproximadamente 22 °C se añaden 190,09 g de un aceite aromático no miscible en agua (por ejemplo, Tomcap, empresa Symrise) asimismo a 22 °C y se emulsiona 25 durante 30 min. Se obtiene una emulsión estable de aceite en agua, cuyo tamaño de partícula promedio de aproximadamente 20 µm se determina mediante difracción láser (Coulter LS 230, Modelo óptico según Fraunhofer o modelo óptico Malvern Mastersizer 2000m según Mie). La emulsión se transfiere a un matraz de 4 cuellos de 1 litro cerrado con agitador de paletas y condensador de reflujo, que se atempera a 30 °C en un baño de agua. Después, se añaden con agitación 7,44 g de ácido fórmico al 20,5 %, ajustándose un valor de pH de aproximadamente 3,8. A esta 30 emulsión se añaden 73 g de una solución al 41,0 % de un precondensado de melamina-formaldehído metilado (resina formadora de pared, por ejemplo: Melapret NF 70 M, empresa Melamine kemična tovarna d.d., Kočevje) y se calienta a 60 °C en 15 min. La velocidad de agitación debe adaptarse de manera que esté garantizada un buen entremezclado. Al llegar a los 60 °C, se diluye con 57,60 g de agua. Después de otros 15 minutos, se agregan 21,32 g de solución de resina formadora de pared. El valor de pH se ajusta nuevamente al valor medido antes de la adición mediante la 35 adición de ácido fórmico al 20,5 %. La fórmula se deja seguir agitando durante 3,5 horas a 60 °C. Después de completar el tiempo de reacción de 4 horas, se desconecta el calentamiento del baño de agua y la dispersión se enfría a temperatura ambiente con agitación. Por la adición de 4 g de solución de amoníaco al 12,5 %, se ajusta al pH de 8,5 y se reduce con ello el contenido de formaldehído libre a menos de 1500 ppm. Se obtiene una dispersión de cápsula con una curva de distribución del tamaño de partícula bimodal (estrictamente hablando, trimodal) (fig. 11) y un tamaño de partícula promedio de 20,1 µm (valor D(4,3), Malvern Mastersizer 2000). El porcentaje fino en esta cápsula asciende al 30,1% correspondientemente al modo de proceder representado en la fig. 1.

II Descripción de la prueba sensorial para la evaluación de las cápsulas

45 Composición del detergente líquido:

Para la evaluación sensorial de las cápsulas, las dispersiones con un contenido de aceite de perfume de aproximadamente el 25 % se incorporaron a una formulación de detergente líquido (aproximadamente el 29 % de 50 sustancias detergentes) en una concentración del 0,2 %. A continuación, en una lavadora europea habitual en el mercado, se lavaron 2 kg de ropa con 40 g de esta formulación.

Composición del suavizante:

55 Para la evaluación sensorial de las cápsulas, las dispersiones con un contenido de aceite de perfume de aproximadamente el 25 % se incorporaron a una formulación de suavizante (aproximadamente el 15 % de esterquat) en una concentración del 0,2 %. A continuación, en una lavadora europea habitual en el mercado, se lavaron 2 kg de ropa con 20 g de esta formulación.

60 Realización de la evaluación sensorial:

Para la evaluación sensorial, las muestras se anonimizaron y cada muestra se duplicó. Se evaluaron simultáneamente en cada caso como máximo 4 muestras. El primer patrón fue siempre sin perfumar. Otra muestra no perfumada estaba bajo el patrón anonimizado. El panel de expertos consistió en como mínimo 12 sujetos de prueba.

65 La evaluación del olor se efectúa en la prenda de ropa con y sin fricción y se evalúa según una escala de clasificaciones

(cuanto mayor sea el número, más intenso es el olor perceptible).

III Comparación de microcápsulas de acuerdo con la invención con microcápsulas de acuerdo con el estado de la técnica

5 Se llevó a cabo una serie de ensayos en los cuales se comparan microcápsulas de acuerdo con la invención con respecto a las propiedades relevantes con microcápsulas como las que se describen en el estado de la técnica.

10 Para ello, en los ejemplos 2, 4, 6, 8 y 10, las cápsulas de acuerdo con la invención se prepararon con distintos aceites aromáticos hidrófobos. En el caso de los ejemplos 1, 3, 5 y 7, se trata de ejemplos comparativos para los que se recurrió a las microcápsulas disponibles comercialmente con los mismos aceites aromáticos encapsulados. A este respecto, se utilizaron las siguientes cápsulas disponibles comercialmente:

15 Symcap®Tomcap FS ST (n.º de mat.: 338550)
Symcap® Fruit Rush FS ST (n.º de mat.: 359173), contiene cápsula de aceite W-Cap
Symcap® Extreme Power FS ST (n.º de mat.: 338698)
Symcap® Flower Burst FS ST (n.º de mat.: 609818) (distribución de las cápsulas por la empresa Symrise AG, 37603 Holzminden, Alemania)

20 Los aceites aromáticos que se han encapsulado están asimismo disponibles comercialmente en la empresa Symrise AG, 37603 Holzminden, Alemania.

1) Cápsula de aceite Tomcap (n.º de mat.: 266485), Ejemplo comparativo

25 2) Cápsula de aceite Tomcap (n.º de mat.: 266485), microcápsula de acuerdo con la invención

3) Cápsula de aceite Flowercap (n.º de mat.: 369892), Ejemplo comparativo

30 4) Cápsula de aceite Flowercap (n.º de mat.: 369892), microcápsula de acuerdo con la invención

5) Cápsula de aceite Extreme Power (n.º de mat.: 229831), Ejemplo comparativo

6) Cápsula de aceite Extreme Power (n.º de mat.: 229831), microcápsula de acuerdo con la invención

35 7) Cápsula de aceite W-Cap (n.º de mat.: 358653), Ejemplo comparativo

8) Cápsula de aceite W-Cap (n.º de mat.: 358653), microcápsula de acuerdo con la invención

40 Para poder comparar las microcápsulas del estado de la técnica con las cápsulas de acuerdo con la invención, estas se caracterizaron respectivamente en cuanto a diámetro de la cápsula, espesor de la pared de la cápsula y distribución del tamaño de partícula y se sometieron a pruebas sensoriales. El resultado se reproduce en la siguiente tabla 1:

Tabla 1

Número de ensayo	1	2-1	2-2	3	4	5	6	7	8
Diámetro de la cápsula*	26,0	23,3	22,9	17,0	20,9	19,8	18,6	16,8	21,5
Espesor de la pared de la cápsula**	260-350	130-180	170-200	-	-	-	-	-	-
Máximo de cápsula	28,5	26,5	26,5	20,1	20,1	21,6	21,6	18,9	21,6
Máximo secundario	-	3,1	3,6	-	2,9	2,0	2,9	1,7	2,9
Porcentaje fino (límite 1/4 del máximo)	18,8	33,0	32,8	17,3	25,2	14,2	29,7	16,7	25,6
Porcentaje fino (límite 1/3,5 del máximo)	20,7	33,0	32,8	17,3	25,2	14,7	31,0	16,9	26,8
Aceite aromático libre	0,15	0,14	0,13	0,19	0,11	0,05	0,06	0,13	0,10
Prueba sensorial en suavizante sin fricción	Nota	0,08	0,17	-	-	0,12	0,09	-	-
Prueba sensorial en suavizante tras fricción	Nota	3,54	3,88	-	-	2,43	2,81	-	-
Prueba sensorial en detergente líquido sin fricción	Nota	0,03	0,29	0,86	0,25	0,06	0,11	0,25	0,10
Prueba sensorial en detergente líquido tras fricción	Nota	2,7	3,19	3,50	3,71	2,86	2,78	3,09	3,58
Aceite aromático libre después de 1 semana a 40 °C en suavizante	%	5,5	4	13,2	3,2	7	1	8,2	4,5
Prueba sensorial en suavizante sin fricción	Nota	0,15	0,63	-	-	0,40	0,14	-	-
Prueba sensorial en suavizante tras fricción	Nota	2,17	3,80	-	-	1,69	2,76	-	-
Aceite aromático libre después de 1 semana a 40 °C en detergente líquido	%	10	2	-	1,7	-	0,75	-	1,5
Prueba sensorial en detergente líquido sin fricción	Nota	0,08	0,38	0,39	0,32	0,13	0,03	0,13	0,09
Prueba sensorial en detergente líquido tras fricción	Nota	2,29	3,64	2,71	3,39	2,13	2,91	2,91	3,56

* Mastersizer 2000, valor D(4,3), valor medio relacionado con el volumen

** Determinación por microscopía electrónica de barrido de cápsulas que se destruyeron a bajas temperaturas (procedimiento de rotura criogénica), por el Instituto Fraunhofer IAP, Potsdam-Golm.

La distribución del tamaño de partícula para los ejemplos 1 a 8 se reproduce en las figuras 2 a 10.

REIVINDICACIONES

1. Microcápsulas con una distribución del tamaño de partícula que presenta al menos dos máximos, encontrándose el máximo principal del tamaño de partícula en el intervalo de 10-50 μm y encontrándose un máximo secundario de la distribución del tamaño de partícula de 1 a 6 μm , y ascendiendo el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a $\leq \frac{1}{4}$ del tamaño de partícula del máximo principal, a $\geq 20\%$ del volumen total de las microcápsulas.
2. Microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizadas por que el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a $\leq \frac{1}{4}$ del tamaño de partícula del máximo principal, a $\geq 22\%$, en particular a $\geq 25\%$, del volumen total de las microcápsulas.
3. Microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizadas por que el máximo principal de la distribución del tamaño de partícula es de 15 a 40 μm y un máximo secundario de la distribución del tamaño de partícula es de 1 a 6 μm , en particular de 1,5 a 4 μm , más preferentemente de 2 a 3,5 μm .
4. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas por que el volumen ocupado por las microcápsulas, cuyo tamaño de partícula asciende a ≤ 6 micrómetros, asciende a $\geq 20\%$, en particular a $\geq 22\%$, del volumen total de las microcápsulas.
5. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas por que las microcápsulas presentan una pared de cápsula de un aminoplasto.
6. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas por que las microcápsulas presentan una pared de cápsula de una resina de melamina-formaldehído metilada y/o resina de urea-formaldehído y/o productos de reacción de aldehídos con tiourea, N-alquilourea, guanidina, acetoguanamina, benzoguanamina, capronoguanamina, cianamina, diciandiamida y/o alquil/arilsulfonamida.
7. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas por que las microcápsulas presentan un material de núcleo de al menos un material insoluble en agua.
8. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas por que las microcápsulas presentan un material de núcleo que comprende un aceite aromático hidrofóbico, un pesticida, un biocida, un insecticida, una sustancia del grupo de los repelentes, un principio activo cosmético, un colorante o mezclas de colorante, pinturas fluorescentes, blanqueadores ópticos, disolventes, ceras, aceites de silicona, lubricantes, monómeros para polimerizaciones o policondensaciones, plásticos reactivos, por ejemplo, adhesivos para mono y multicomponentes, componentes de barniz, retardantes de llama, dispersiones de pigmentos en disolventes orgánicos, sustancias aromáticas y/o productos agroquímicos.
9. Microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas por que las microcápsulas presentan una relación en peso de material de núcleo respecto al material de pared de cápsula que se encuentra de 50-90 a 50-10, en particular de 70-80 a 30-20.
10. Suspensión de microcápsulas de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 8 en un líquido.
11. Suspensión de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizada por que el porcentaje en peso de las microcápsulas es del 20 al 60 % en peso, en particular del 25 al 50 % en peso, más preferentemente del 30 al 35 % en peso.
12. Suspensión de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 10 u 11, caracterizada por que la suspensión presenta una viscosidad en el intervalo de 12 a 1500 mPas.
13. Uso de las microcápsulas de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9 o de la suspensión de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 a 12 como componente de detergentes líquidos, suavizantes, agentes de limpieza, detergentes en polvo, geles de ducha, champús, desodorantes y/o lociones corporales.

14. Uso de las microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 13 con la eliminación previa del agua de la suspensión, en particular mediante secado por pulverización.

Figura 1

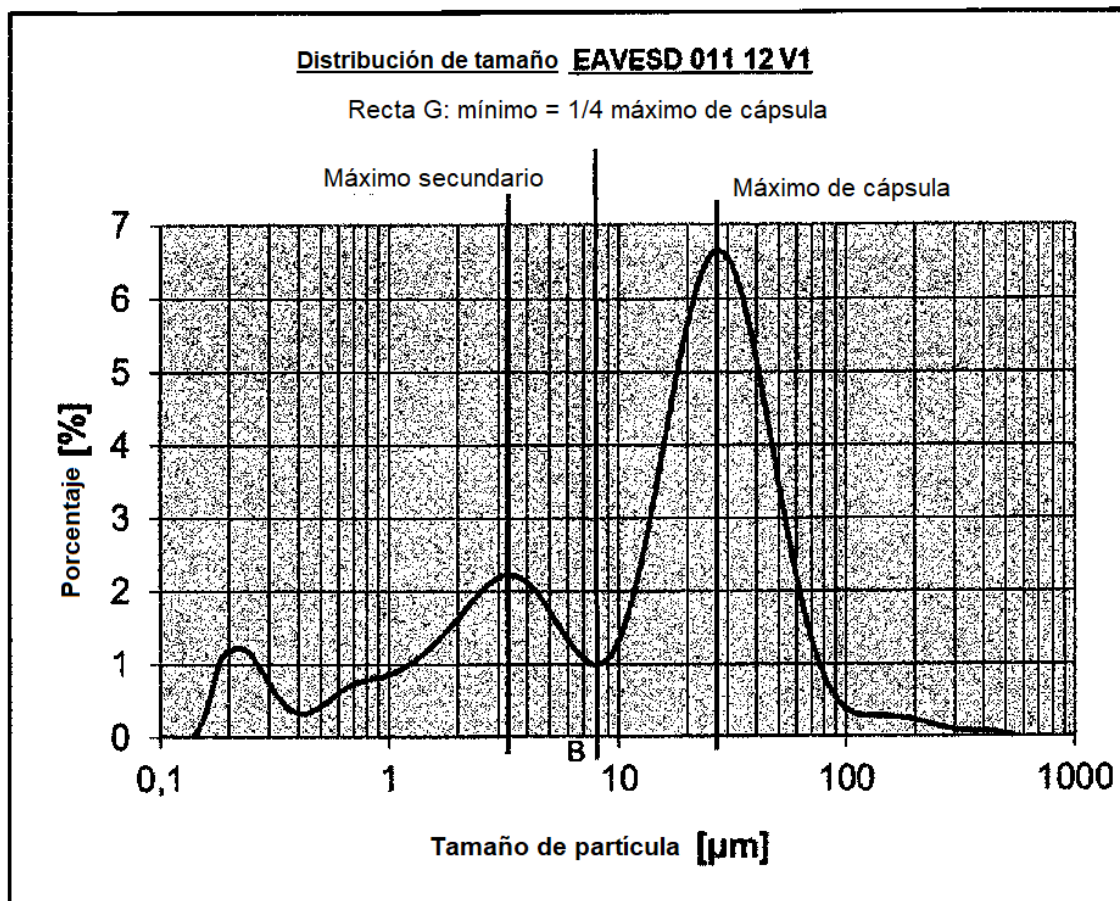


Figura 2 (ensayo 1)

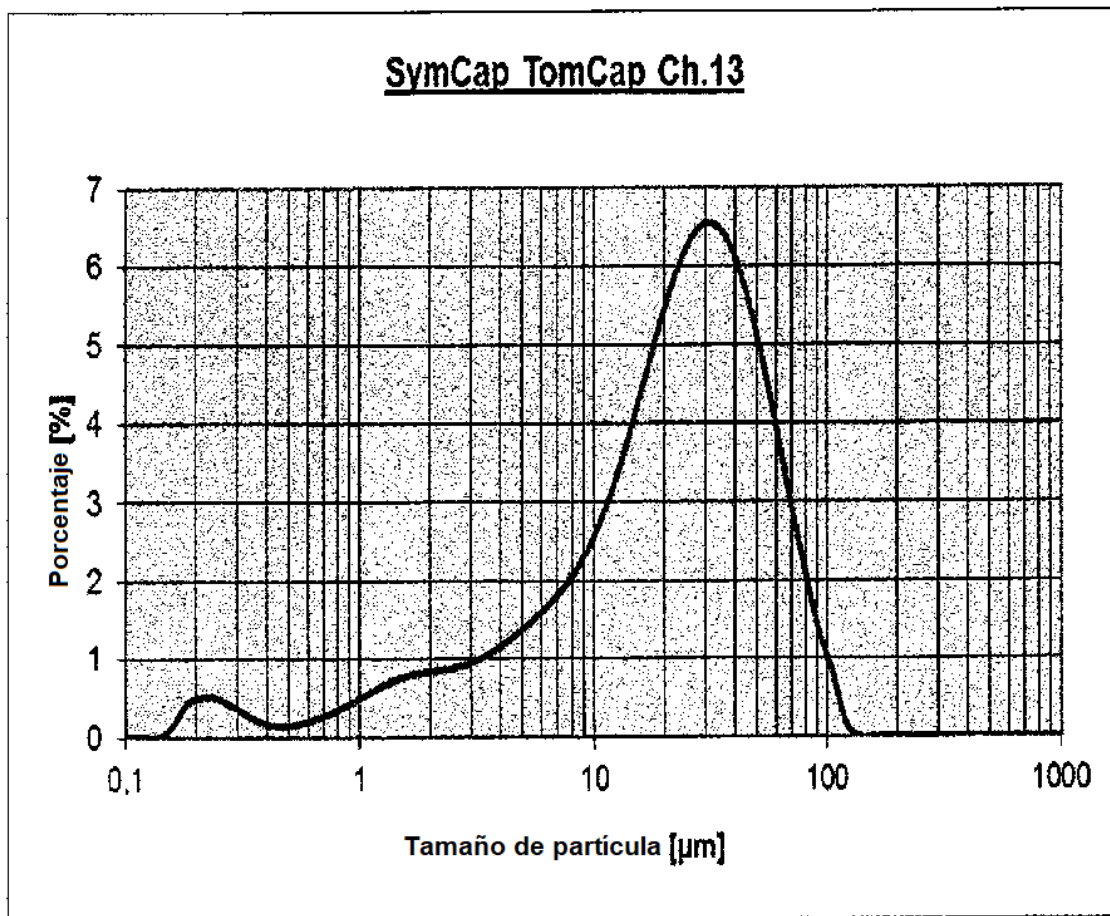


Figura 3 (ensayo 2-1)

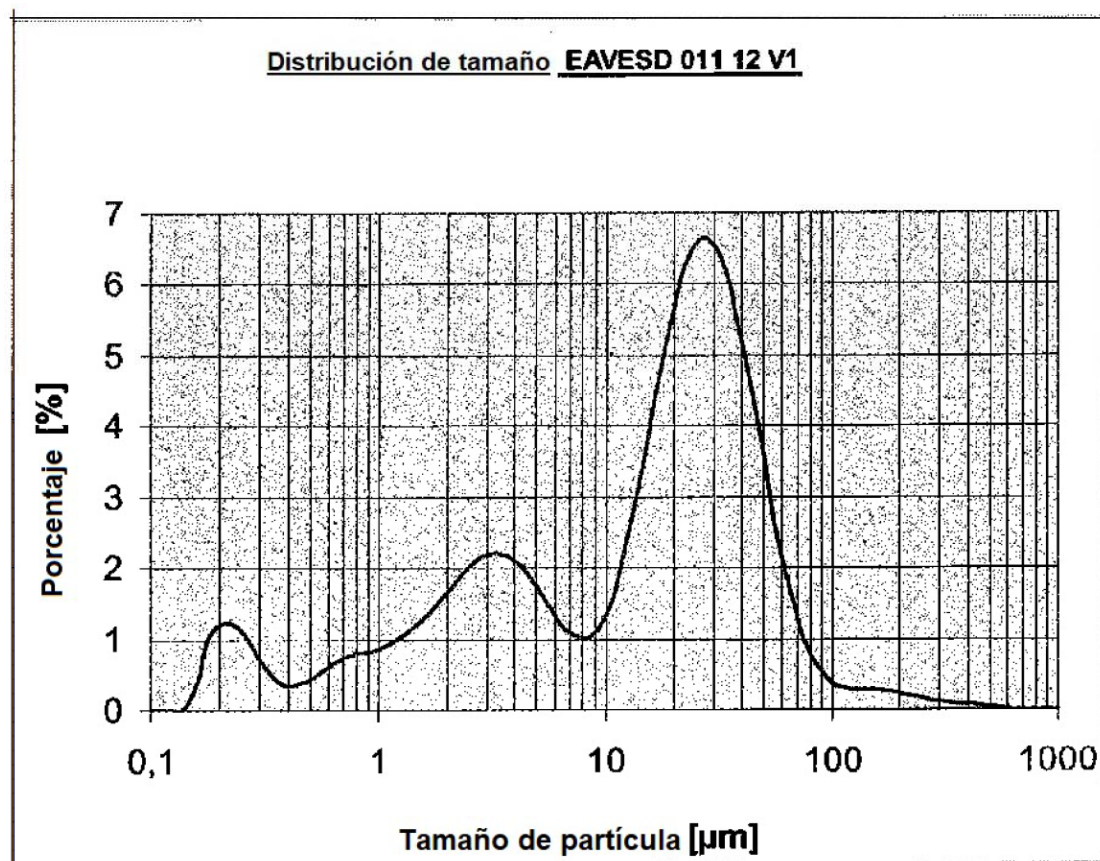


Figura 4 (ensayo 2-2)

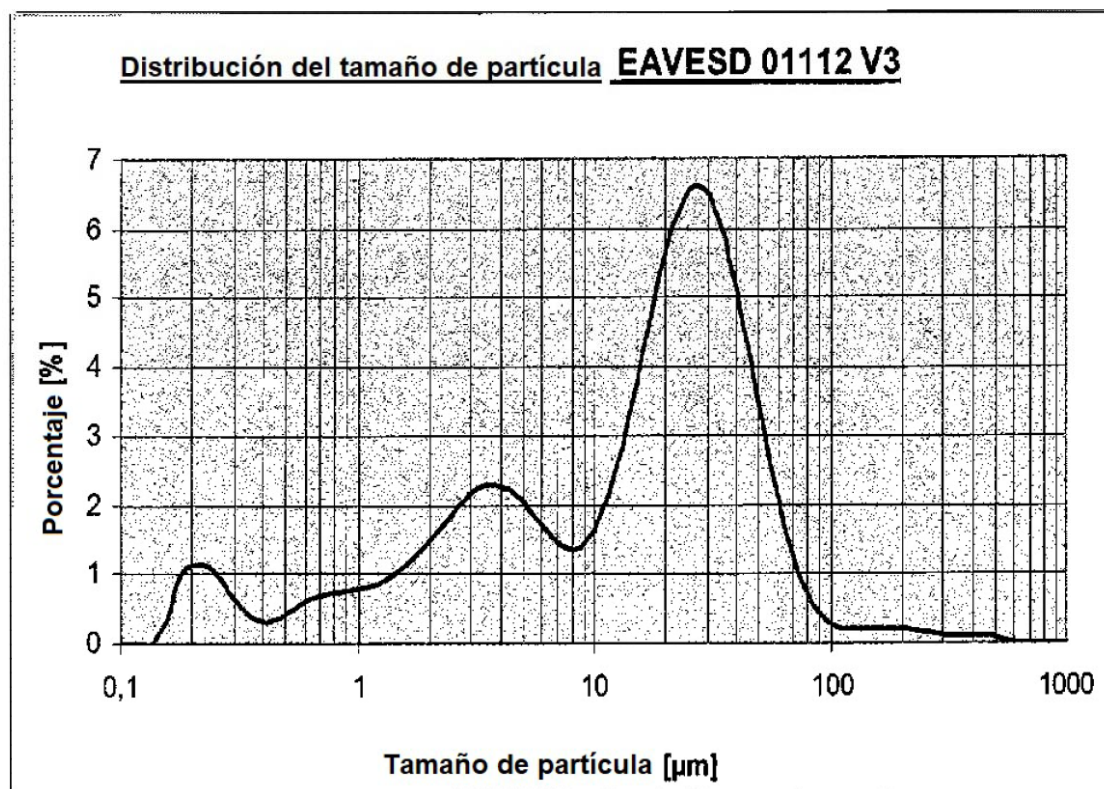


Figura 5 (ensayo 3)

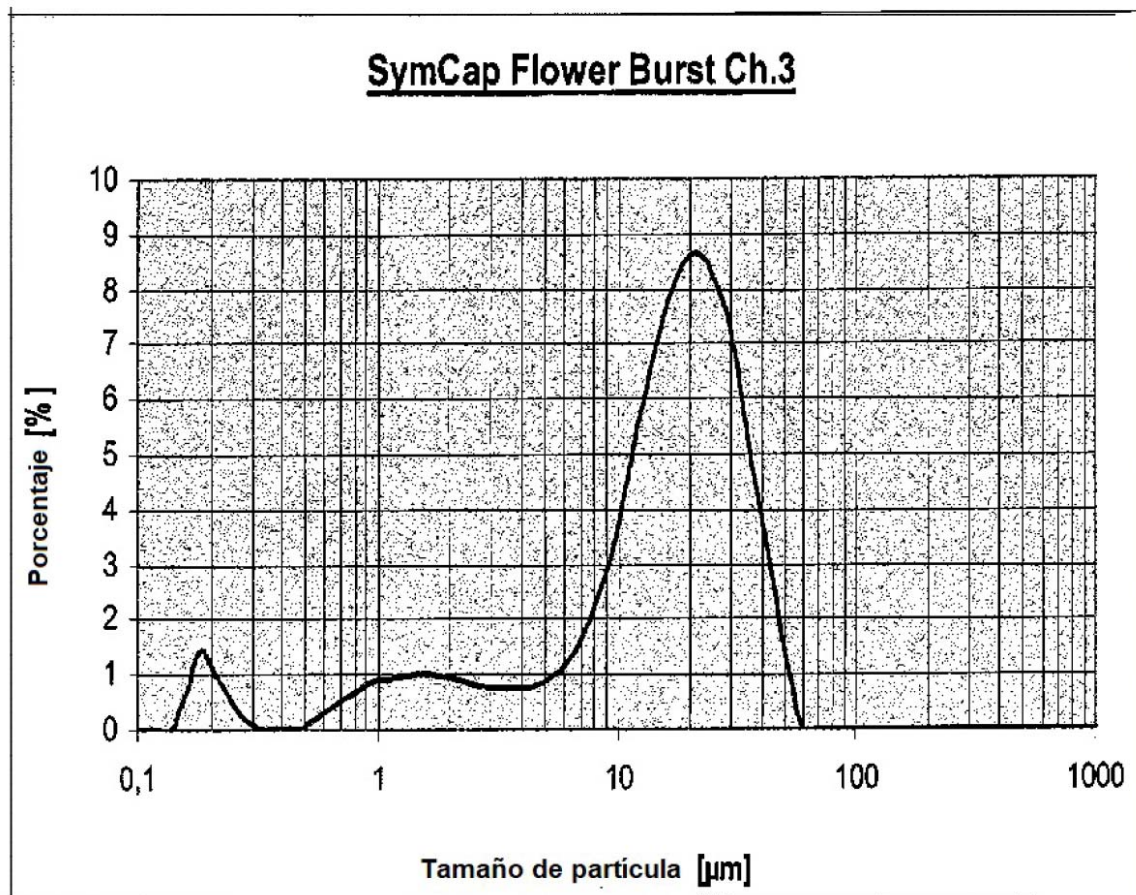


Figura 6 (ensayo 4)

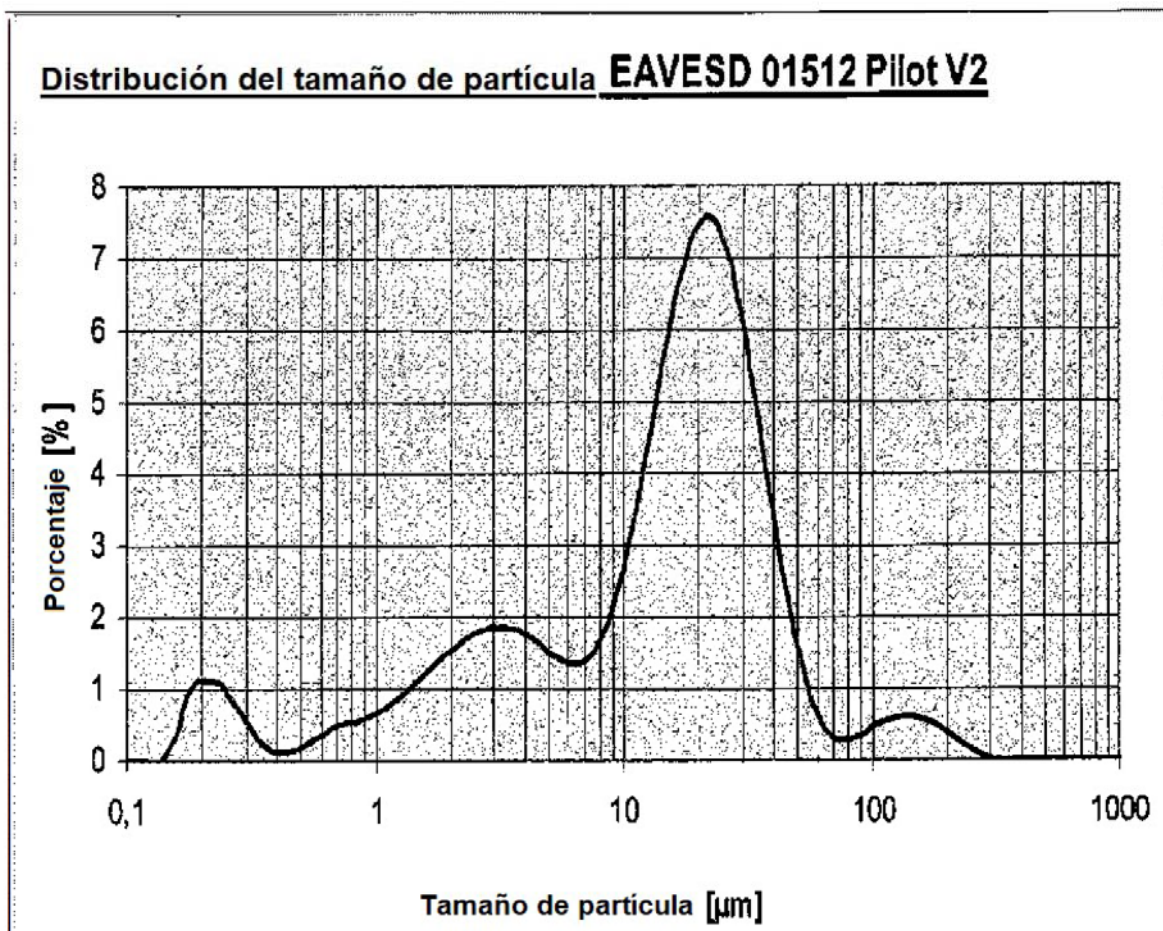


Figura 7 (ensayo 5)

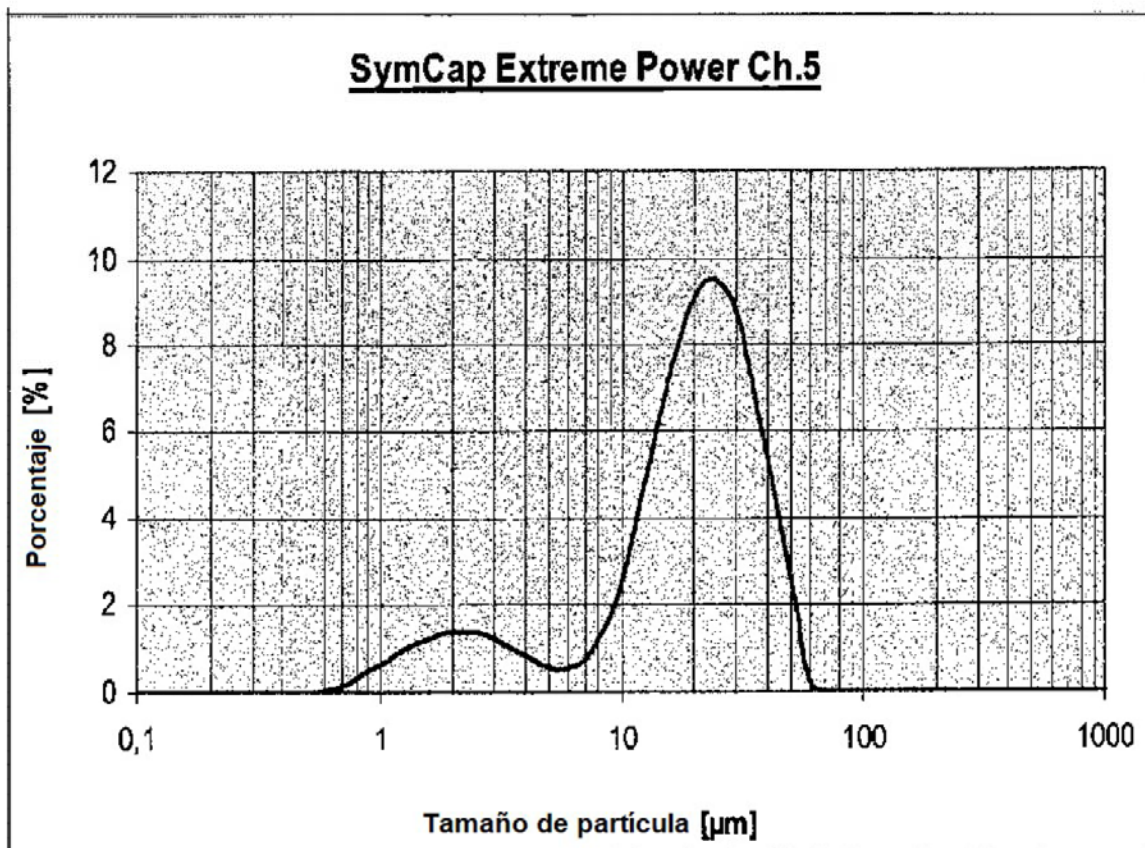


Figura 8 (ensayo 6)

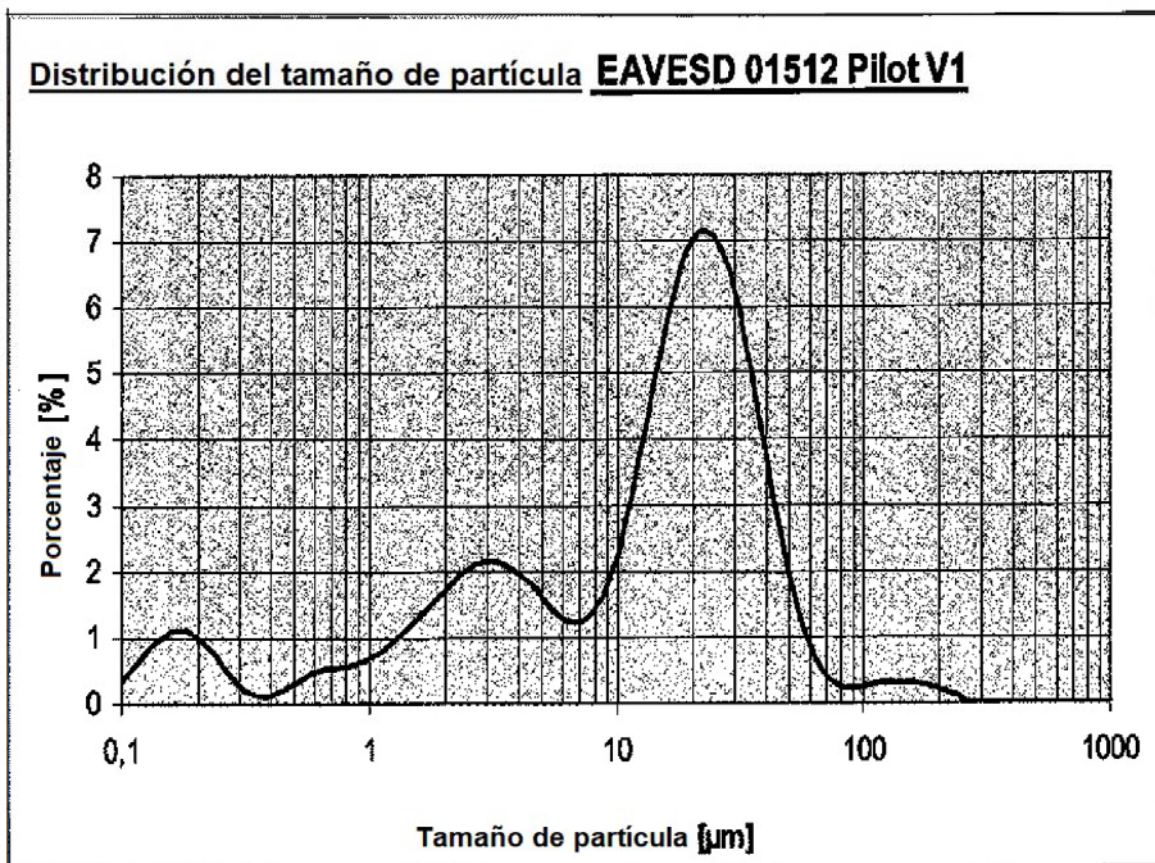


Figura 9 (ensayo 7)

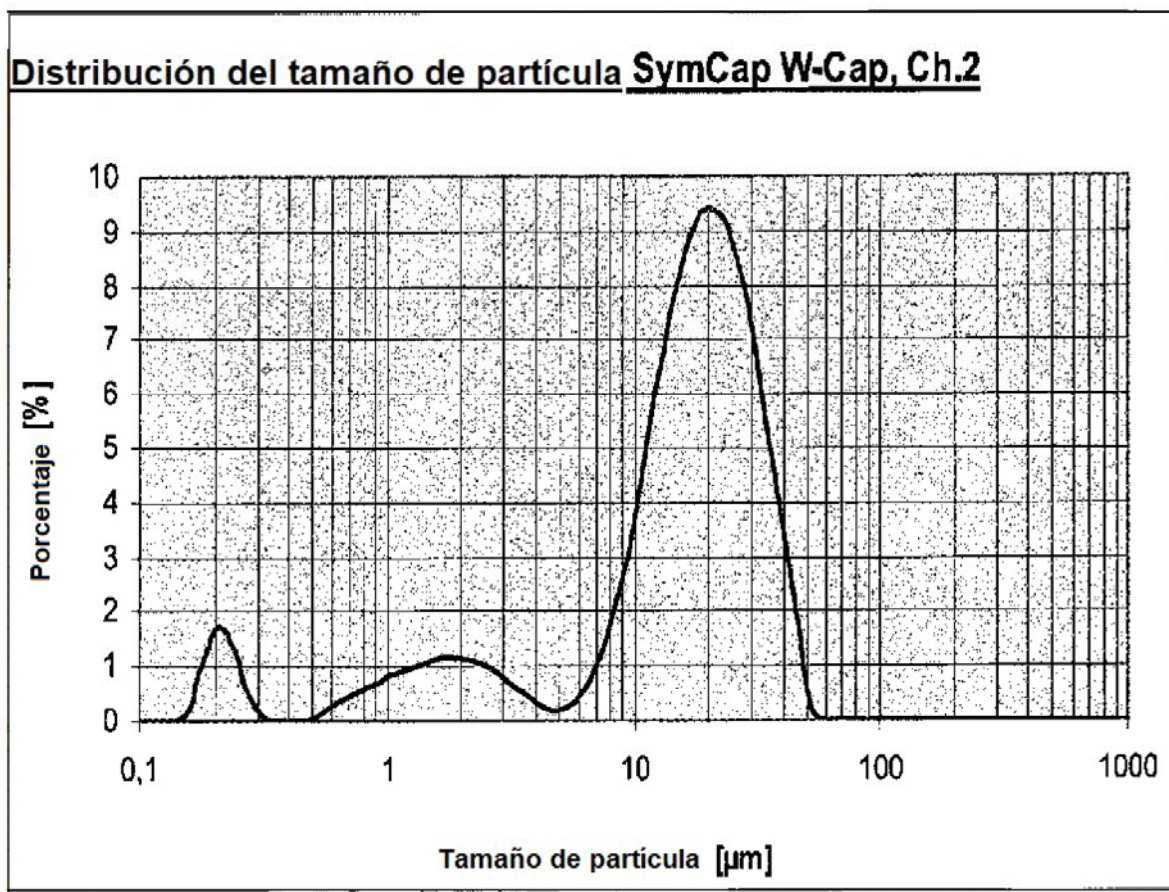


Figura 10 (ensayo 8)

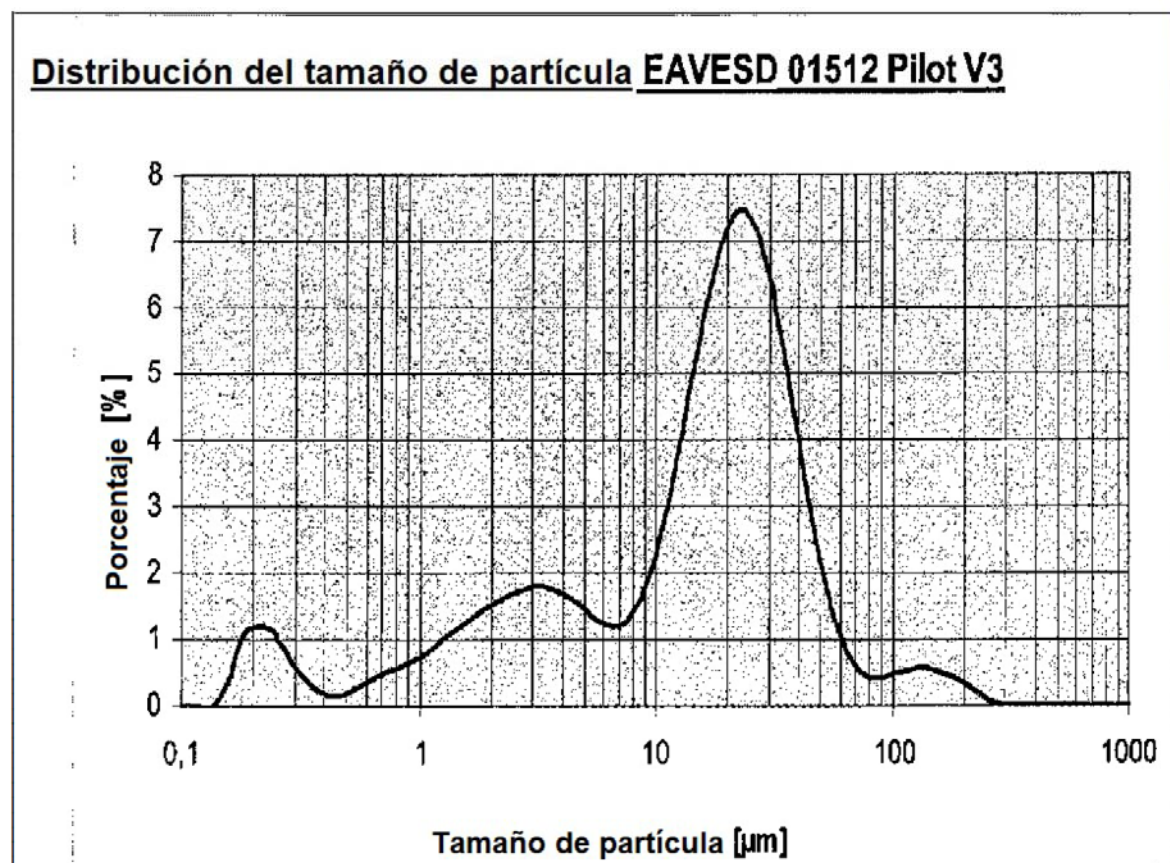


Figura 11 (ejemplo 1, fórmula de laboratorio)

