

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 985 108**

51 Int. Cl.:

A61Q 5/00 (2006.01)

A61K 8/73 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.03.2019** **PCT/EP2019/055722**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.09.2019** **WO19175017**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.03.2019** **E 19709482 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2024** **EP 3765159**

54 Título: **Mejoras en compuestos orgánicos o relacionadas con los mismos**

30 Prioridad:

13.03.2018 GB 201804011

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

04.11.2024

73 Titular/es:

GIVAUDAN SA (100.0%)
Chemin de la Parfumerie 5
1214 Vernier, CH

72 Inventor/es:

BULGARELLI, NELLY y
HARRISON, IAN, MICHAEL

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 985 108 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

Mejoras en compuestos orgánicos o relacionadas con los mismos

La presente invención se refiere a microcápsulas de centro y cubierta que muestran una deposición mejorada sobre sustratos queratinosos y una resistencia al aclarado mejorada una vez depositadas sobre estos sustratos.

- 5 La incorporación de materiales funcionales encapsulados en productos de consumo, tales como productos de cuidado doméstico, cuidado personal y cuidado de tejidos, es conocida. Los materiales funcionales incluyen, por ejemplo, fragancias, agentes cosméticos, fármacos y mejoradores de sustratos.

10 Las microcápsulas particularmente adecuadas para la administración de tales materiales funcionales son microcápsulas de centro y cubierta, en las que el centro comprende normalmente los materiales funcionales y la cubierta es impermeable o parcialmente impermeable al material funcional. Normalmente, estas microcápsulas se usan en medios acuosos y los ingredientes encapsulados son hidrófobos. Es posible usar una amplia selección de materiales de cubierta, siempre que este material de cubierta sea impermeable o parcialmente impermeable al ingrediente encapsulado.

15 Entre los materiales funcionales, las composiciones de fragancia se encapsulan por diversas razones. Las microcápsulas pueden aislar y proteger los ingredientes de perfume de medios de suspensión externos, tales como bases de productos de consumo, en los que pueden ser incompatibles o inestables. También se usan para facilitar la deposición de ingredientes de perfume sobre sustratos tales como la piel, el cabello, tejidos o superficies domésticas duras. También pueden actuar como medio de control de la liberación espaciotemporal del perfume.

20 Las resinas termoendurecibles son materiales de encapsulación comunes para composiciones de perfume. Las microcápsulas de centro y cubierta formadas a partir de resinas de aminoplasto, resinas de poliurea, resinas de poliuretano, resina de poliacrilato y combinaciones de las mismas son generalmente bastante resistentes a la fuga de fragancias cuando se dispersan en medios de suspensión acuosos, incluso en medios que contienen tensioactivos. Además, cuando se incorporan en productos de consumo, tales como detergentes o acondicionadores para la ropa, proporcionan ventajas perfumantes que no pueden conseguirse si el perfume se incorpora directamente en esos productos.

25 Sin embargo, en muchos casos, la deposición y la adherencia de estas microcápsulas sobre superficies lisas y especialmente sobre superficies queratinosas, tales como la piel y el cabello, son insuficientes y los beneficios esperados asociados con el uso de microcápsulas no son óptimos. Este es especialmente el caso de los productos que requieren aclarado e implican grandes cantidades de agua. En este caso, la falta de deposición puede deberse a la dilución de las microcápsulas hasta un nivel tan bajo que la probabilidad de que una microcápsula encuentre la superficie sobre la que se pretende depositar. Grandes volúmenes de agua de aclarado también pueden eliminar las microcápsulas de la superficie por lavado.

30 El documento US 2012/0282309 A1 describe una composición acondicionadora del cabello que contiene microcápsulas de poliacrilato aniónico y un coadyuvante de deposición, tal como un polímero de deposición catiónico o una aminosilicona. El documento US 8,927,026 B2 se refiere a una composición de champú que contiene microcápsulas de poliacrilato aniónico y un polímero de deposición catiónico.

35 En ambos casos, las microcápsulas están recubiertas con un tensioactivo aniónico y el polímero catiónico se añade formando una premezcla con las microcápsulas recubiertas antes de añadirse al champú o la base acondicionadora. Tal enfoque es complejo y puede conllevar problemas de incompatibilidad inducidos electrostáticamente, tales como la agregación de las microcápsulas en la premezcla y la segregación de fases durante el mezclado de la premezcla con el champú o la base acondicionadora. Esto puede afectar a las propiedades del producto final y puede requerir la modificación de la composición del producto final en el que se usan las microcápsulas.

40 Por tanto, un problema subyacente a la presente invención es superar los inconvenientes de la técnica anterior mencionados previamente. En particular, un problema subyacente a la presente invención es proporcionar microcápsulas que muestren una deposición mejorada sobre sustratos queratinosos y una resistencia al aclarado mejorada una vez depositadas sobre estos sustratos. Las microcápsulas deben ser económicas, sencillas de fabricar y versátiles con respecto a su aplicación. No debe requerirse ninguna modificación o solo una modificación mínima de la composición del producto en relación con su uso.

45 En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición para deposición sobre un sustrato queratinoso que comprende al menos una microcápsula de centro y cubierta en un medio de suspensión. Dicha microcápsula comprende un centro y una cubierta alrededor de dicho centro. La cubierta comprende un polisacárido hiperramificado seleccionado del grupo que consiste en amilopectinas, dextrinas, almidones hiperramificados, glucógeno y fitoglucógeno, y mezclas de los mismos, en donde la cantidad de polisacárido hiperramificado es del 0,01 al 1 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas, y en donde el polímero hiperramificado está incluido en y/o fijado a la cubierta de la microcápsula.

50 En el contexto de la presente invención, el término "*polisacárido hiperramificado*", o más generalmente "*polímero*

hiperramificado", se refiere a un polímero que comprende una cadena primaria o un núcleo, una o más cadenas secundarias unidas a la cadena primaria o el núcleo y una o más cadenas terciarias unidas a al menos una de dichas cadenas secundarias.

5 Normalmente, una cadena secundaria tiene una o más cadenas terciarias unidas a ella, pero, para evitar cualquier ambigüedad, algunas cadenas secundarias en el polímero hiperramificado también pueden no tener ninguna cadena terciaria unida a ellas. Preferiblemente al menos el 10 %, preferiblemente más del 20 %, incluso más preferiblemente más del 25 % de las cadenas secundarias en el polímero hiperramificado tienen una o más cadenas terciarias unidas a ellas.

10 La invención se basa en el descubrimiento de que la inclusión y/o la fijación de un polisacárido hiperramificado en y/o sobre microcápsulas de centro y cubierta mejoran tanto la deposición como la resistencia al aclarado de las microcápsulas de centro y cubierta, en particular sobre superficies queratinosas tales como la piel o el cabello.

15 En particular, la mejora de la deposición y la resistencia al aclarado se observa al aplicar microcápsulas de centro y cubierta sobre la piel o el cabello mediante productos de consumo que requieren aclarado, tales como champús, geles de ducha, jabones y detergentes y composiciones acondicionadoras, por ejemplo, acondicionadores para cuidado de tejidos o acondicionadores para cuidado del cabello.

Este hallazgo fue sorprendente, ya que se sabe que las superficies tratadas con poligliceroles hiperramificados son resistentes a la adhesión de células y proteínas, lo que proporciona buena protección contra la formación de biopelículas, véase, por ejemplo, Y. Zhou *et al.*, *Adv. Mater.* 2010, 22, 4567-4590.

20 Una manera adecuada de caracterizar el grado de ramificación de los polisacáridos hiperramificados anteriores es referirse a su relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos.

25 En una realización específica de la invención, la relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos en el polisacárido hiperramificado es superior a 1/50, más particularmente superior a 1/40 y aún más particularmente superior a 1/35. Los polisacáridos hiperramificados con una relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos inferior a 1/50 tienen propiedades similares a las de los polisacáridos lineales y por tanto son menos adecuados a efectos de la presente invención. En particular, la viscosidad de las suspensiones pastosas de microcápsulas con polisacáridos lineales aumenta considerablemente con la disminución de la relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos, para un peso molecular constante del polisacárido, lo que hace que la suspensión pastosa sea menos fluida y más difícil de incorporar en el producto final.

30 En el contexto de la presente invención, el polímero hiperramificado puede estar incluido en y/o fijado a la cubierta de microcápsula. La cantidad de polímero hiperramificado, en particular incluido en y/o fijado a la cubierta de la microcápsula, es del 0,01 al 1 % en peso, más particularmente del 0,02 al 0,5 % en peso y aún más particularmente del 0,05 al 0,25 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas. En cantidades inferiores, el polímero hiperramificado es ineficaz, mientras que, en cantidades superiores, la superficie de las microcápsulas está saturada y no admite la incorporación de más polímero hiperramificado en ella. Esto puede conllevar efectos no deseados, tales como un aumento de la viscosidad de la suspensión pastosa de microcápsulas o una separación de fases en la suspensión pastosa.

El centro puede comprender un ingrediente de fragancia, un ingrediente cosmético o una mezcla de los mismos.

40 En realizaciones ventajosas de la invención, la cubierta de la al menos una microcápsula de centro y cubierta comprende una resina termoendurecible, en particular una resina termoendurecible seleccionada del grupo que consiste en resinas de aminoplasto, resinas de poliurea, resinas poliacrílicas y mezclas de las mismas. Estas resinas son bien conocidas en la técnica por ser particularmente adecuadas para la encapsulación de materiales funcionales pequeños y/o volátiles.

En un segundo aspecto de la invención, se proporciona un método para incluir y/o fijar un polisacárido hiperramificado en y/o sobre cubiertas de microcápsulas, que comprende las etapas de:

- 45
- dispersar gotículas de un material central en un medio de suspensión, que comprende en particular un emulsionante, en presencia de los monómeros, prepolímeros o precondensados formadores de la cubierta para obtener una emulsión, en particular una emulsión de aceite en agua;
 - hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados en la interfase entre las gotículas y el medio de suspensión para obtener una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta;

50

 - añadir un polisacárido hiperramificado;
 - obtener una composición que comprende una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta, en donde el polisacárido hiperramificado está incluido y/o fijado en y/o sobre la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta;

- añadir opcionalmente a la suspensión pastosa uno o más agentes de suspensión o conservantes;
- deshidratar opcionalmente la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de centro y cubierta, en particular en forma de polvo;

5 en donde el polisacárido hiperramificado se selecciona del grupo que consiste en amilopectinas, dextrinas, almidones hiperramificados, glucógeno y fitoglucógeno, y mezclas de los mismos,

en donde la cantidad de polisacárido hiperramificado es del 0,01 al 1 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas.

10 Notablemente, la adición del polímero hiperramificado puede efectuarse antes de hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados, durante la reacción de estos materiales o después de la finalización de la reacción. La cantidad total de polímero hiperramificado puede añadirse en una operación o puede añadirse secuencialmente y/o en porciones.

15 Se describe que el polímero hiperramificado puede seleccionarse de un grupo que consiste en poligliceroles hiperramificados, polieritritoles hiperramificados y polisacáridos hiperramificados. Estos polímeros hiperramificados tienen la ventaja de estar ampliamente extendidos en la naturaleza y/o no ser tóxicos, así como ser completamente biodegradables.

El polisacárido hiperramificado se selecciona de un grupo que consiste en amilopectinas, dextrinas, almidones hiperramificados, glucógeno y fitoglucógeno, y mezclas de los mismos. Estos polímeros tienen la ventaja de estar fácilmente disponibles comercialmente.

20 Además, la presente invención se refiere a una microcápsula, en particular una microcápsula de centro y cubierta, obtenible por el método indicado anteriormente. La presente invención también se refiere a una composición que comprende al menos una de dichas microcápsulas en un medio de suspensión.

25 En un tercer aspecto de la invención, se proporciona un método para mejorar la deposición de al menos una microcápsula de centro y cubierta sobre una superficie, en particular una superficie queratinosa, en donde el método comprende la etapa de incluir y/o fijar un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de dicha microcápsula de centro y cubierta. Ventajosamente, esto se consigue mediante un método para incluir y/o fijar polímeros hiperramificados en y/o sobre cubiertas de microcápsulas, tal como se indica anteriormente. La invención se refiere también al uso de un polímero hiperramificado para mejorar la deposición de al menos una microcápsula de centro y cubierta sobre una superficie, en particular una superficie queratinosa, mediante la inclusión y/o fijación del polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de dicha microcápsula de centro y cubierta, en particular por el método anterior.

30 En un cuarto aspecto de la invención, se proporciona un método para aumentar la resistencia al aclarado de la al menos una microcápsula de centro y cubierta depositada sobre una superficie, en particular sobre una superficie queratinosa, en donde el método comprende la etapa de incluir y/o fijar un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de la microcápsula de centro y cubierta. Ventajosamente, esto se consigue mediante un método para incluir y/o fijar polímeros hiperramificados en y/o sobre cubiertas de microcápsulas, tal como se indica anteriormente. La invención se refiere también al uso de un polímero hiperramificado para aumentar la resistencia al aclarado de al menos una microcápsula de centro y cubierta depositada sobre una superficie, en particular sobre una superficie queratinosa, mediante la inclusión y/o fijación de un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de la microcápsula de centro y cubierta, en particular por el método anterior.

40 Además, la presente invención se refiere a un producto de consumo que comprende una composición como se describe anteriormente en el presente documento. El producto de consumo puede ser un champú, un acondicionador para cuidado del cabello, un gel de ducha o un jabón líquido.

45 Se describe que, si el polímero hiperramificado se genera a partir de un núcleo, el núcleo puede tener dos o más funciones químicas a las que puede unirse una cadena secundaria. A continuación, esto se denominará núcleo polifuncional. La cadena secundaria puede crecer a partir de una función química del núcleo por polimerización o puede unirse a una función química del núcleo por injerto. El núcleo polifuncional puede incluir glicerol, eritritol, glicidol, ácido 2,2-bis(metilol)propiónico, ácido 3-hidroxi-2-(hidroximetil)-2-metilpropanoico, di(met)acrilato de etilenglicol, tri(met)acrilato de trietilenglicol, triacrilato de pentaeritritol, una furanosa (tal como fructosa), 1,2-di(oxiran-2-il)etano-1,2-diol o una piranosa (tal como glucosa).

50 Se describe que el núcleo polifuncional se selecciona del grupo que consiste en glicerol, eritritol, glicidol, furanosa, piranosa y glucogenina.

Se describe que el polímero hiperramificado comprende cadenas secundarias, terciarias y cadenas de orden superior, en donde las cadenas secundarias están unidas a una cadena primaria o un núcleo.

Las cadenas primarias, secundarias, terciarias y de orden superior pueden ser cualquier polímero polifuncional con uno o más grupos funcionales, preferiblemente una pluralidad de grupos funcionales, tales como hidroxil, amina,

glicidilo, isocianato, vinilo y (met)acrililo.

Se describe que las cadenas primarias, secundarias, terciarias y de orden superior tienen una pluralidad de grupos hidroxilo y se seleccionan del grupo que consiste en poliglicerol, polieritritol y polisacáridos.

- 5 Se describe que las cadenas de polisacárido pueden comprender diversas fracciones de azúcar y fracciones derivadas de azúcares. Las fracciones de azúcar pueden incluir piranosas y furanosas, tales como glucosa, ramnosa, xilosa, arabinosa, galactosa, fucosa, apiosa y fructosa. Las fracciones derivadas de azúcares pueden incluir piranosas deshidratadas, furanosas deshidratadas, ácido glucurónico, ácido manurónico, glucosamina y galactosa sulfatada. Una cadena puede comprender diferentes fracciones de azúcar y fracciones derivadas de azúcares.

Se describe que las cadenas de polisacárido comprenden monómeros de piranosa, tales como glucosa.

- 10 Se describe que el monómero de piranosa es glucosa. Normalmente, los enlaces covalentes entre dos anillos de glucosa en una cadena de polisacárido se forman entre el grupo hidroxilo del carbono C1 de uno de los anillos y el grupo hidroxilo del carbono C4' del otro anillo (el denominado enlace 1,4'-glucosídico), con lo que se producen polímeros a base de almidón si incluyen α -D-glucosa o polímeros a base de celulosa si incluyen β -D-glucosa.

- 15 Por otro lado, la ramificación en una cadena de polisacárido normalmente implica el grupo hidroxilo situado en el carbono C1 de cualquiera de los anillos de la primera cadena y un grupo hidroxilo situado en el carbono C6', el carbono C3' o el carbono C2' de cualquier anillo de la segunda cadena, con la producción de los enlaces denominados 1,6'-glucosídico, 1,3'-glucosídico o 1,2'-glucosídico.

- 20 Los polisacáridos hiperramificados incluyen aquellos polisacáridos naturales seleccionados del grupo que consiste en amilopectinas, glucógeno, fitoglucógeno y almidones ramificados enzimáticamente. Estos polímeros polisacáridos se caracterizan por la existencia de cadenas de piranosas unidas en 1,4' conectadas entre sí por enlaces 1,6', 1,3' y 1,2'.

- 25 La amilopectina se caracteriza por una disposición dendrítica arbórea de cadenas de unidades de α -D-glucosa unidas entre sí por enlaces 1,4'-glucosídicos, con una cadena primaria (o cadena de primer orden), cadenas secundarias (o cadenas de segundo orden), cadenas terciarias (o cadenas de tercer orden) y cadenas de orden superior conectadas de tal manera que cada cadena de orden X está unida a una cadena de orden X-1 por su primera glucosa, en donde la mayoría de los enlaces implicados en la ramificación son enlaces 1,6'-glucosídicos. La relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos en la amilopectina está normalmente entre aproximadamente 1/30 y aproximadamente 1/24.

- 30 El número de unidades de piranosa incluidas en la fracción de amilopectina depende del origen de la fuente de almidón. Por ejemplo, el número de unidades de piranosa unidas incluidas en las fracciones de amilopectina de almidón de maíz está entre 280 y 35.000, mientras que el número de unidades de piranosa unidas incluidas en las fracciones de amilopectina de almidón de patata está entre 1.100 y 220.000.

La degradación ácida o enzimática de las amilopectinas da lugar a la formación de dextrinas hiperramificadas. Estas dextrinas pueden contener además enlaces 1,2'-glucosídicos y enlaces 1,3'-glucosídicos. Estas dextrinas son también útiles a efectos de la presente invención.

- 35 El glucógeno y el fitoglucógeno son similares a la amilopectina en la forma en que las ramificaciones están conectadas entre sí, pero se caracterizan por una disposición dendrítica casi esférica de las ramificaciones y por una mayor densidad de ramificación en comparación con la amilopectina. La relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos en la amilopectina está normalmente entre 1/12 y 1/8.

- 40 Los almidones sometidos a tratamiento enzimático con una enzima ramificadora de glucógeno (número de identificación: EC 2.4.1.18, también denominada glucuronosiltransferasa) tienen normalmente relaciones entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos de entre 1/25 y 1/8 y, por tanto, también son adecuados a efectos de la presente invención. Por ejemplo, se obtiene almidón hiperramificado tratando almidón o un derivado de almidón en forma parcial o completamente gelatinizada con la enzima ramificadora de glucógeno (número de identificación: EC 2.4.1.18). El almidón hiperramificado tiene un grado de ramificación molecular del 6 %, preferiblemente del 6,5 %.

- 45 El grado de ramificación molecular se define como el porcentaje de enlaces α -1,6-glucosídicos del total de enlaces α -1,6 y α -1,4-glucosídicos (α -1,6 / (α -1,6 + α -1,4) x 100 %).

La cantidad de enlaces 1,6'-glucosídicos en un polisacárido puede determinarse midiendo la diferencia entre la cantidad de extremos reductores antes y después de la desramificación enzimática del producto mediante isoamilasa (véase, por ejemplo Y. Takeda *et al.*, *Carbohydr. Res.* 1993, 240, 253-263).

- 50 Los almidones ricos en amilopectina modificados hidrófobamente, tales como almidón funcionalizado con anhídrido octenilsuccínico (OSA) o anhídrido dodecenilsuccínico (DDSA), también son útiles a efectos de la presente invención. Normalmente, estos almidones modificados tienen un grado de sustitución de entre el 1 y el 10 % en peso con respecto al almidón seco.

Se describe que otros polímeros hiperramificados específicos que pueden ser útiles según la presente descripción

pueden seleccionarse del grupo que consiste en poli(poliol) sintéticos, tales como poliglicerol, polieritritol, poli(3-etil-3-hidroximetiloxetano) y poli(2-hidroximetiloxetano), polímeros hiperramificados, tales como poli(1,6-anhidro- β -D-glucopiranos), poli(5,6-anhidro-1,2-O-isopropiliden- α -D-glucofuranosa), glucopolímero de poliétercetal hiperramificado, poli(ácido 3-hidroxi-2-(hidroximetil)-2-metilpropanoico), poli(cloruro de 2,2-di(oxiran-2-il)propanoilo) o polímeros hiperramificados de poli(éter-co-éster).

En una realización particular de la presente invención, las microcápsulas de centro y cubierta pueden formarse preparando una suspensión pastosa que contiene las microcápsulas de centro y cubierta y añadiendo un polímero hiperramificado a la suspensión pastosa para que se adsorba sobre la superficie de las microcápsulas.

En otra realización particular, el polímero hiperramificado puede incorporarse en las microcápsulas de centro y cubierta añadiendo el polímero hiperramificado a una suspensión pastosa de microcápsulas incipientes e incluyendo y/o fijando el polímero hiperramificado en y/o sobre las cubiertas de las microcápsulas incipientes de centro y cubierta a medida que se forman.

En el contexto de la presente invención, el término "*incipiente*" en referencia a las microcápsulas, describe microcápsulas que están en proceso de formación y donde tiene lugar la reacción de formación de la cubierta, por ejemplo, polimerización interfacial, poliadición, policondensación, polimerización por radicales, polimerización por apertura de anillo y similares.

En estos procesos de formación de la cubierta, el lugar de la reacción es normalmente la interfase que separa las gotículas de material central hidrófobo de una fase externa acuosa en la que las gotículas están dispersas. En un proceso de microencapsulación típico, esta interfase se estabiliza mediante tensioactivos o emulsionantes poliméricos.

En una realización particular de la presente invención, el polímero hiperramificado se añade durante el proceso de formación de la cubierta de las microcápsulas, de tal manera que el polímero se incluye físicamente en las cubiertas a medida que se produce la microencapsulación.

En una realización más particular, la composición de la presente invención puede formarse según un método que comprende las siguientes etapas:

a) dispersar gotículas de un material funcional en una fase acuosa que comprende un emulsionante en presencia de los monómeros, prepolímeros o precondensados formadores de la cubierta para formar una emulsión de aceite en agua;

b) hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados en la interfase entre las gotículas y la fase acuosa para formar una suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta;

c) añadir un polímero hiperramificado a la suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta para formar una composición que comprende una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta, en donde el polímero hiperramificado está incluido en la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta;

d) añadir opcionalmente a la suspensión pastosa uno o más agentes de suspensión, un conservante o cualquier otro excipiente convencional;

e) deshidratar opcionalmente la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de centro y cubierta en forma de polvo.

En la ejecución de la etapa a) el aparato de mezclado y la velocidad de mezclado pueden controlarse de una manera conocida de por sí, con el fin de proporcionar cualquier tamaño de gota deseado. El mezclado puede efectuarse con una hélice, una turbina o un agitador de paletas cruzadas con paletas inclinadas, tal como un agitador Mig. Normalmente, la emulsión se forma a una velocidad de agitación dentro de un intervalo de 100 a 2.000 rpm, más particularmente de 250 a 1.500 rpm, y aún más particularmente de 500 rpm a 1.000 rpm para un recipiente con un volumen de 1 l equipado con un agitador de paletas cruzadas con paletas inclinadas y con una relación entre el diámetro del agitador y el diámetro del reactor de 0,7. El aparato agitador puede comprender una turbina o un agitador Mig. Sin embargo, el experto en la técnica entenderá que tales condiciones de agitación pueden cambiar dependiendo del tamaño del reactor y el volumen de la suspensión pastosa, de la geometría exacta del agitador y de la relación entre el diámetro del agitador y el diámetro del reactor. Por ejemplo, para un agitador Mig con una relación entre el diámetro del agitador y del reactor de 0,5 a 0,9 y volúmenes de suspensión pastosa que varían de 0,5 a 8 toneladas, la velocidad de agitación preferible en el contexto de la presente invención es de 150 rpm a 50 rpm.

Al ejecutar la etapa c) la adición del polímero hiperramificado puede hacerse antes de hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados formadores de la cubierta o durante la reacción de estos materiales. La cantidad total de polímero hiperramificado puede añadirse en una operación o puede añadirse secuencialmente y/o en porciones.

Es posible emplear una amplia selección de materiales funcionales en las microcápsulas de centro y cubierta de la presente invención. El centro puede comprender en particular un material hidrófobo seleccionado del grupo que

consiste en aceites, aceites esenciales, aceites de fragancia, biocidas, feromonas, ingredientes cosméticos lipófilos y fármacos tópicos.

En una realización, el material central hidrófobo es una composición de fragancia que comprende al menos un ingrediente de fragancia.

- 5 Una lista exhaustiva de ingredientes de perfume que pueden ser encapsulados según la presente invención puede encontrarse en la bibliografía de perfumería, por ejemplo "*Perfume & Flavor Chemicals*", S. Arctander (Allured Publishing, 1994). El perfume encapsulado según la presente invención comprende preferiblemente ingredientes de perfume seleccionados de entre ADOXAL™ (2,6,10-trimetilundec-9-enal); AGRUMEX™ (acetato de 2-(*tert*-butil)ciclohexilo); ALDEHÍDO C10 DECÍLICO (decanal); ALDEHÍDO C11 MOA (2-metildecenal); ALDEHÍDO C11 UNDECILÉNICO (undec-10-enal); ALDEHÍDO C110 UNDECILICO (undecenal); ALDEHÍDO C12 LÁURICO (dodecanal); ALDEHÍDO C12 MNA PURO (2-metilundecenal); ALDEHÍDO ISO C11 ((*E*)-undec-9-enal); ALDEHÍDO DE MANDARINA 10 %/tec ((*E*)-dodec-2-enal); GLICOLATO DE ALILAMILO (2-(isopentilo)acetato de alilo); PROPIONATO DE ALILCICLOHEXILO (3-ciclohexilpropanoato de alilo); ENANTATO DE ALILO (heptanoato de alilo); AMBER CORE™ (1-((2-(*tert*-butil)ciclohexil)oxi)butan-2-ol); AMBERMAX™ (1,3,4,5,6,7-hexahidro-β,1,1,5,5-pentametil-2*H*-2,4a-metanonaftalen-8-etanol); SALICILATO DE AMILO (2-hidroxibenzoato de pentilo); APHERMATE (formiato de 1-(3,3-dimetilciclohexil)etil); BELAMBRE™ ((1*R*,2*S*,4*R*)-2'-isopropil-1,7,7-trimetilspiro[biciclo[2.2.1]heptano-2,4'-[1,3]dioxano]); BIGARYL (8-(*sec*-butil)-5,6,7,8-tetrahidroquinolina); BOISAMBRENE™ FORTE™ ((ethoxymethoxy)cyclododecane); BOISIRIS™ ((1*S*,2*R*,5*R*)-2-etoxi-2,6,6-trimetil-9-metilenbiciclo[3.3.1]nonano); ACETATO DE BORNILO (acetato de (2*S*,4*S*)-1,7,7-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ilo); BUTIROLACTATO DE BUTILO (butirato de 1-butoxi-1-oxopropan-2-ilo); ACETATO DE *para*-BUTILCICLOHEXILO (acetato de 4-(*tert*-butil)ciclohexilo); CARIOFILENO ((*Z*)-4,11,11-trimetil-8-metilenbiciclo[7.2.0]undec-4-eno); CASHMERAN™ (1,1,2,3,3-pentametil-2,3,6,7-tetrahidro-1*H*-inden-4(5*H*)-ona); CASSYRANE™ (5-*tert*-butil-2-metil-5-propil-2*H*-furano); CITRAL ((*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dienal); CITRAL LEMAROME™ N ((*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dienal); CITRATHAL™ R ((*Z*)-1,1-dietoxi-3,7-dimetilocta-2,6-dieno); CITRONELAL (3,7-dimetilocta-6-enal); CITRONELOL (3,7-dimetilocta-6-en-1-ol); ACETATO DE CITRONELOLO (acetato de 3,7-dimetilocta-6-en-1-ilo); FORMIATO DE CITRONELOLO (formiato de 3,7-dimetilocta-6-en-1-ilo); CITRONELOLNITRILLO (3,7-dimetilocta-6-enonitrilo); PROPIONATO DE CITRONELOLO (propionato de 3,7-dimetilocta-6-en-1-ilo); CLONAL (dodecanonitrilo); CORANOL (4-ciclohexil-2-metilbutan-2-ol); COSMONE™ ((*Z*)-3-metilciclotetradec-5-enona); ALDEHÍDO DE CICLAMEN (3-(4-isopropilfenil)-2-metilpropanal); CICLOGALBANATO (2-(ciclohexilo)acetato de alilo); SALICILATO DE CICLOHEXILO (2-hidroxibenzoato de ciclohexilo); CICLOMIRAL (8,8-dimetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidronaftaleno-2-carbaldehído); DAMASCENONA ((*E*)-1-(2,6,6-trimetilciclohexa-1,3-dien-1-il)but-2-en-1-ona); α-DAMASCONA ((*E*)-1-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il)but-2-en-1-ona); δ-DAMASCONA ((*E*)-1-(2,6,6-trimetilciclohex-3-en-1-il)but-2-en-1-ona); *trans*-4-DECENAL ((*E*)-dec-4-enal); DELFONA (2-pentilciclopentanona); DIHIDROANETOL (éster 1-(1-(3,3-dimetilciclohexil)etil)-3-etílico del ácido propanodioico); DIHIDROJASMONA (3-metil-2-pentilciclopent-2-enona); DIMETILBENCILCARBINOL (2-metil-1-fenilpropan-2-ol); ACETATO DE DIMETILBENCILCARBINILO (acetato de 2-metil-1-fenilpropan-2-ilo); BUTIRATO DE DIMETILBENCILCARBINILO (butirato de 2-metil-1-fenilpropan-2-ilo); DIMETIOCTENONA (4,7-dimetiloct-6-en-3-ona); DIMETOL (2,6-dimetilheptan-2-ol); DIPENTENO (1-metil-4-(prop-1-en-2-il)ciclohex-1-eno); DUPICAL™ ((*E*)-4-((3*aS*,7*aS*)-hexahidro-1*H*-4,7-metanoinden-5(6*H*)-iliden)butanal); EBANOL™ ((*E*)-3-metil-5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)pent-4-en-2-ol); CAPROATO DE ETILO (hexanoato de etilo); CAPRILATO DE ETILO (octanoato de etilo); ETILLINALOL ((*E*)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ol); ACETATO DE ETILLINALILO (acetato de (*Z*)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ilo); ENANTOATO DE ETILO (heptanoato de etilo); SAFRANATO DE ETILO (2,6,6-trimetilciclohexa-1,3-dien-1-carboxilato de etilo); EUCALIPTOL ((1*s*,4*s*)-1,3,3-trimetil-2-oxabicyclo[2.2.2]octano); ACETATO DE FENQUILO (acetato de (2*s*)-1,3,3-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ilo); ALCOHOL FENQUÍLICO ((1*S*,2*R*,4*R*)-1,3,3-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ol); FIXOLIDA™ (1-(3,5,5,6,8-hexametil-5,6,7,8-tetrahidronaftalen-2-il)etanona); FLORALOZONE™ (3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal); FLORHYDRAL (3-(3-isopropilfenil)butanal); FLOROCYCLENEL™ (propionato de (3*aR*,6*S*,7*aS*)-3*a*,4,5,6,7,7a-hexahidro-1*H*-4,7-metanoinden-6-ilo); FLOROPAL™ (2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano); FRESKOMENTHE™ (2-(*sec*-butil)ciclohexanona); FRUITATE (octahidro-1*H*-4,7-metanoindeno-3*a*-carboxilato de (3*aS*,4*S*,7*R*,7*aS*)-etilo); FRUTONILE (2-metildecanonitrilo); GALBANONE™ PURE (1-(3,3-dimetilciclohex-1-en-1-il)pent-4-en-1-ona); GARDOCYCLENEL™ (isobutirato de (3*aR*,6*S*,7*aS*)-3*a*,4,5,6,7,7a-hexahidro-1*H*-4,7-metanoinden-6-ilo); GERANIOL ((*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ol); ACETATO DE GERANILO SINTÉTICO (acetato de (*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ilo); ISOBUTIRATO DE GERANILO (isobutirato de (*E*)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ilo); GIVESCONE™ (2-etil-6,6-dimetilciclohex-2-enocarboxilato de etilo); HABANOLIDE™ ((*E*)-oxaciclohexadec-12-en-2-ona); HEDIONE™ (3-oxo-2-pentilciclopentanoacetato de metilo); HERBANATE™ (3-isopropilbiciclo[2.2.1]hept-5-eno-2-carboxilato de (2*S*)-etilo); BUTIRATO DE *cis*-3-HEXENILO (butirato de (*Z*)-hex-3-en-1-ilo); ALDEHÍDO HEXILCINÁMICO ((*E*)-2-bencilidenoctanal); ISOBUTIRATO DE HEXILO (isobutirato de hexilo); SALICILATO DE HEXILO (2-hidroxibenzoato de hexilo); INDOFLOR™ (4,4*a*,5,9*b*-tetrahidroindeno[1,2-*d*][1,3]dioxina); β-IONONA ((*E*)-4-(2,6,6-trimetilciclohex-1-en-1-il)but-3-en-2-ona); α-IRISONE ((*E*)-4-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona); α-IRONA ((*E*)-4-(2,5,6,6-tetrametilciclohex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona); ISO E SUPER™ (1-(2,3,8,8-tetrametil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidronaftalen-2-il)etanona); ISOCLOCITRAL (2,4,6-trimetilciclohex-3-enocarbaldehído); ACETATO DE ISONILOLO (acetato de 3,5,5-trimetilhexilo); METIL-2-BUTIRATO DE ISOPROPILO (2-metilbutanoato de isopropilo); ISOLARDEINE™ 70 ((*E*)-3-metil-4-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona); JASMACYCLENEL™ (acetato de ((3*aR*,6*S*,7*aS*)-3*a*,4,5,6,7,7a-hexahidro-1*H*-4,7-metanoinden-6-ilo); *cis*-JASMONA ((*Z*)-3-metil-2-(pent-2-en-1-il)ciclopent-2-enona); KARANAL™ (5-(*sec*-butil)-2-(2,4-dimetilciclohex-3-en-1-il)-5-metil-1,3-dioxano); KOAVONE ((*Z*)-3,4,5,6,6-

pentametilhept-3-en-2-ona); ACETAL DE HOJA ((Z)-1-(1-etoxietoxi)hex-3-eno); LEMONILE™ ((2E,6Z)-3,7-dimetilnona-2,6-dienonitrilo); LIFFAROME™ GIV (carbonato de (Z)-hex-3-en-1-ilmetilo); LILIAL™ (3-(4-(*tert*-butil)fenil)-2-metilpropanal); LINALOL (3,7-dimetilocta-1,6-dien-3-ol); ACETATO DE LINALILO (acetato de 3,7-dimetilocta-1,6-dien-3-ilo); MAHONIAL™ ((4E)-9-hidroxi-5,9-dimetil-4-decenal); ISOBUTIRATO DE MALTILO (isobutirato de 2-metil-4-oxo-4H-piran-3-ilo); MANZANATE (2-metilpentanoato de etilo); MELONAL™ (2,6-dimetilhept-5-enal); MENTOL (2-isopropil-5-metilciclohexanol); MENTHONE (2-isopropil-5-metilciclohexanona); METILCEDRILCETONA (1-((1S,8aS)-1,4,4,6-tetrametil-2,3,3a,4,5,8-hexahidro-1H-5,8a-metanoazulen-7-il)etanona); METILNONILCETONA EXTRA (undecan-2-ona); OCTINCARBONATO DE METILO (non-2-inoato de metilo); METHYL PAMPLEMOUSSE (6,6-dimetoxi-2,5,5-trimetilhex-2-eno); MYRALDENE (4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclohex-3-enocarbaldehído); NECTARYL (2-(2-(4-metilciclohex-3-en-1-il)propil)ciclopentanona); NEOBERGAMATE™ FORTE (acetato de 2-metil-6-metilenoct-7-en-2-ilo); NEOFOLIONE™ ((E)-non-2-enoato de metilo); NEROLIDYLE™ (acetato de ((Z)-3,7,11-trimetildodeca-1,6,10-trien-3-ilo); ACETATO DE NERILO HC (acetato de (Z)-3,7-dimetilocta-2,6-dien-1-ilo); NONADYLE (6,8-dimetilnonan-2-ol); *cis*-6-NONENAL ((Z)-non-6-enal); NYMPHEAL™ (3-(4-isobutil-2-metilfenil)propanal); ORIVONE™ (4-(*tert*-pentil)ciclohexanona); PARADISAMIDE™ (2-etil-N-metil-N-(*m*-tolil)butanamida); PELARGENE (2-metil-4-metilen-6-feniltetrahidro-2H-pirano); PEONILE™ (2-ciclohexiliden-2-fenilacetónitrilo); PETALIA™ (2-ciclohexiliden-2-(*o*-tolil)acetónitrilo); PIVAROSE™ (propanoato de 2,2-dimetil-2-feniletilo); PRECYCLEMONE™ B (1-metil-4-(4-metilpent-3-en-1-il)ciclohex-3-enocarbaldehído); PYRALONE™ (6-(*sec*-butil)quinolina); RADJANOL™ SUPER ((E)-2-etil-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-en-1-il)but-2-en-1-ol); CETONA DE FRAMBUESA (N112) (4-(4-hidroxifenil)butan-2-ona); RHUBAFURANE™ (2,2,5-trimetil-5-pentilciclopentanona); ROSACETOL (acetato de 2,2,2-tricloro-1-feniletilo); ROSALVA (dec-9-en-1-ol); ROSYFOLIA ((1-metil-2-(5-metilhex-4-en-2-il)ciclopropil)-metanol); ROSYRANE™ SUPER (4-metilen-2-feniltetrahidro-2H-pirano); SERENOLIDE (ciclopropanocarboxilato de 2-(1-(3,3-dimetilciclohexil)etoxi)-2-metilpropilo); SILVIAL™ (3-(4-isobutilfenil)-2-metilpropanal); SPIROGALBANONE™ (1-(espiro[4.5]dec-6-en-7-il)pent-4-en-1-ona); STEMONE™ (oxima de (E)-5-metilheptan-3-ona); SUPER MUGUET™ ((E)-6-etil-3-metiloct-6-en-1-ol); SYLKOLIDE™ (ciclopropanocarboxilato de (E)-2-((3,5-dimetilhex-3-en-2-il)oxi)-2-metilpropilo); γ-TERPINENO (1-metil-4-propan-2-ilciclohexa-1,4-dieno); TERPINOLENO (1-metil-4-(propan-2-iliden)ciclohex-1-eno); ACETATO DE TERPINILO (acetato de 2-(4-metilciclohex-3-en-1-il)propan-2-ilo); TETRAHIDROLINALOL (3,7-dimetiloctan-3-ol); tetrahidromircenol (2,6-dimetiloctan-2-ol); THIBETOLIDE (oxaciclohexadecan-2-ona); TRIDECENO-2-NITRILLO ((E)-tridec-2-enonitrilo); UNDECAVERTOL ((E)-4-metildec-3-en-5-ol); VELOUTONE™ (2,2,5-trimetil-5-pentilciclopentanona); VIRIDINE™ ((2,2-dimetoxietil)benceno); ZINARINE™ (2-(2,4-dimetilciclohexil)piridina); y mezclas de los mismos.

Los ingredientes de perfume y los principios activos cosméticos para uso en las composiciones encapsuladas son preferiblemente hidrófobos. Preferiblemente, los principios activos cosméticos tienen un coeficiente de partición octanol/agua calculado (ClogP) de 1,5 o más, más preferiblemente de 3 o más. Preferiblemente, el ClogP del principio activo cosmético es de 2 a 7.

Los principios activos cosméticos particularmente útiles pueden seleccionarse del grupo que consiste en emolientes, principios activos suavizantes, principios activos hidratantes, principios activos calmantes y relajantes, principios activos decorativos, desodorantes, principios activos antienvjecimiento, principios activos drenantes, principios activos remodeladores, principios activos niveladores de la piel, conservantes, principios activos antioxidantes, principios activos antibacterianos o bacteriostáticos, principios activos limpiadores, principios activos lubricantes, principios activos estructurantes, principios activos acondicionadores del cabello, principios activos blanqueantes, principios activos texturizantes, principios activos ablandadores, principios activos anticasca y principios activos exfoliantes.

Los principios activos cosméticos particularmente útiles incluyen, pero no se limitan a polímeros hidrófobos, tales como alquildimetilsiloxanos, polimetilsilsesquioxanos, polietileno, poliisobutileno, copolímeros de bloques de estireno, etileno y estireno y de estireno, butileno y estireno, y similares; aceites minerales, tales como isoparafinas hidrogenadas, aceites de silicona y similares; aceites vegetales, tales como aceite de argán, aceite de jojoba, aceite de *Aloe vera*, y similares; ácidos grasos y alcoholes grasos y sus ésteres; glucolípidos; fosfolípidos; esfingolípidos, tales como ceramidas; esteroides y esteroides; terpenos, sesquiterpenos, triterpenos y sus derivados; aceites esenciales, tales como aceite de árnica, aceite de artemisa, aceite de corteza de árbol, aceite de hoja de abedul, aceite de caléndula, aceite de canela, aceite de *Echinacea*, aceite de eucalipto, aceite de ginseng, aceite de azufaifo, aceite de *Helianthus*, aceite de jazmín, aceite de lavanda, aceite de semillas de loto, aceite de perilla, aceite de romero, aceite de madera de sándalo, aceite de árbol del té, aceite de tomillo, aceite de valeriana, aceite de ajeno, aceite de ylang ylang, aceite de yuca y similares.

En una realización, el principio activo cosmético puede seleccionarse del grupo que consiste en aceite de madera de sándalo, tal como el aceite de semilla de *Fusanus spicatus*; triacetato de pantenilo (N.º CAS: 94089-18-6); acetato de tocoferilo; tocoferol; naringinina (N.º CAS: 480-41-1); linoleato de etilo; acetato de farnesilo; farnesol; metilcrotonato de citroneilo (N.º CAS: 20770-40-5); ceramida-2 (1-estearoilesfingosina C18, N.º CAS: 100403-19-8); y mezclas de los mismos.

El material central funcional puede mezclarse opcionalmente con diversos excipientes hidrófobos, tales como disolventes apolares, aceites, ceras y polímeros apolares.

Es posible usar una amplia selección de monómeros, prepolímeros o precondensados formadores de la cubierta para

formar las microcápsulas de centro y cubierta de la presente invención. Estos materiales formadores de la cubierta pueden seleccionarse del grupo que consiste en materiales inorgánicos, tales como silicato, metales y óxidos metálicos, o materiales orgánicos, tales como tensioactivos, polímeros orgánicos naturales, semisintéticos y sintéticos, y mezclas de los mismos. Son particularmente adecuadas las cubiertas que comprenden silicatos, gelatina, complejos de gelatina y goma arábica, complejos de gelatina y carboximetilcelulosa, complejos de alginato y calcio, fases laminares tensioactivas y resinas termoendurecibles, tales como resinas de aminoplasto, resinas de poliurea, resinas de poliuretano y resinas de poliacrilato.

En una realización particular, la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta comprende una resina de aminoplasto. Tales microcápsulas pueden obtenerse mediante las etapas de:

- 10 a) dispersar gotículas de un material funcional en una fase acuosa que comprende un emulsionante en presencia de un precondensado aminoaldehídico;
- b) hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados en la interfase entre las gotículas y la fase acuosa para formar una suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta. La policondensación se realiza a una temperatura de 85 ± 10 °C durante de aproximadamente 1 a aproximadamente 15 4 horas y a un pH de $3,9 \pm 1,0$;
- c) añadir un polímero hiperramificado a la suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta para formar una composición que comprende una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta, en donde el polímero hiperramificado está incluido en y/o fijado sobre la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta;
- 20 d) opcionalmente añadir a la suspensión pastosa uno o más agentes de suspensión, un conservante o cualquier otro excipiente convencional;
- e) opcionalmente deshidratar la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de centro y cubierta en forma de polvo.

El emulsionante es preferiblemente un estabilizante polimérico seleccionado del grupo que consiste en copolímeros acrílicos con grupos sulfonato, tales como los disponibles comercialmente con la marca comercial LUPASOL™ (de BASF), tales como LUPASOL™ PA 140 o LUPASOL™ VFR; copolímeros de acrilamida y ácido acrílico, copolímeros de acrilatos de alquilo y *N*-vinilpirrolidona, tales como los disponibles con la marca comercial LUVISKOL™ (por ejemplo, LUVISKOL™ K15, K30 o K90, de BASF); policarboxilatos de sodio (de Polyscience Inc.) o poli(estirenosulfonato) de sodio (de Polyscience Inc.); copolímeros de éter vinílico y metilvinílico y anhídrido maleico (por ejemplo, AGRIMER™ VEMA AN, de ISP) y copolímeros de etileno, isobutileno o estireno y anhídrido maleico (por ejemplo, ZEMAC™); copolímero anfótero formado a partir de un monómero catiónico que contiene grupos amonio cuaternario; y un monómero que puede formar aniones, más particularmente un monómero a base de ácido acrílico, ácido metacrílico o un derivado de los mismos, tal como un copolímero de ácido acrílico o ácido metacrílico y cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC) o cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC), un terpolímero formado a partir de monómeros de ácido acrílico, monómeros de MAPTAC y monómeros de acrilamida.

El precondensado aminoaldehídico puede ser un producto de reacción, tal como un polímero o copolímero de al menos una amina, tal como urea, tiourea, alquilurea, 2,4-diamino-1,3,5-triazinas sustituidas en 6, tales como benzoguanamina o glucolurilo, y melamina; y al menos un aldehído, tal como formaldehído, acetaldehído, glioxal o glutaraldehído. Los precondensados aminoaldehídicos adecuados incluyen, pero no se limitan a precondensados parcialmente metilados de mono y polimetilol-1,3,5-triamina-2,4,6-triazina, tales como los disponibles comercialmente con la marca comercial CYMEL™ (de Cytec Technology Corp.) o LURACOLL™ (de BASF) y/o precondensados de mono y polialquilol-benzoguanamina y/o precondensados de mono y polialquilolglucourilo. Estas poliaminas alquiloladas pueden proporcionarse en formas parcialmente alquiladas, obtenidas por adición de alcoholes de cadena corta que tienen normalmente de 1 a 6 unidades de metileno.

En otra realización particular, la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta comprende una resina de poliurea. Tales microcápsulas se obtienen mediante las etapas de:

- a) dispersar gotículas de un material funcional en una fase acuosa que comprende un emulsionante en presencia de un poliisocianato;
- b) hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados en la interfase entre las gotículas y la fase acuosa para formar una suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta. La reacción se realiza en presencia de una poliamina a una temperatura de 80 ± 5 °C durante de aproximadamente 2 a aproximadamente 50 6 horas y a un pH de $8,5 \pm 1,0$;
- c) añadir un polímero hiperramificado a la suspensión pastosa de microcápsulas incipientes de centro y cubierta para formar una composición que comprende una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta, en donde el polímero hiperramificado está incluido en la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta;

d) opcionalmente añadir a la suspensión pastosa uno o más agentes de suspensión, un conservante o cualquier otro excipiente convencional;

e) opcionalmente deshidratar la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de núcleo y cubierta en forma de polvo.

- 5 Los poliisocianatos pueden seleccionarse del grupo que consiste en 1,6-diisocianatohehexano (N.º CAS: 822-06-0), 1,5-diisocianato-2-metilpentano (N.º CAS: 34813-62-2), 1,4-diisocianato-2,3-dimetilbutano, 2-etil-1,4-diisocianatobutano, 1,5-diisocianatopentano (N.º CAS: 4538-42-5), 1,4-diisocianatobutano (N.º CAS: 4538-37-8), 1,3-diisocianatopropano (N.º CAS: 3753-93-3), 1,10-diisocianatodecano (N.º CAS: 538-39-0), 1,2-diisocianatociclobutano, bis(4-isocianatociclohexil)metano (N.º CAS: 5124-30-1), 3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-1-isocianatociclohexano (N.º CAS: 4098-71-9), diamida de ácido 2-imidodicarbónico (N.º CAS: 4035-89-6), biuret (N.º CAS: 108-19-0), poliisocianurato de diisocianato de tolueno (N.º CAS: 141-78-6, obtenible comercialmente de Bayer con el nombre comercial DESMODUR™ RC), precondensado de trimetilolpropano y poliisocianurato de 1,6-diisocianatohehexano (N.º CAS: 53200-31-0, obtenible comercialmente de Bayer con el nombre comercial DESMODUR™ N100), precondensado de trimetilolpropano y diisocianato de tolueno (N.º CAS: 9081-90-7, obtenible comercialmente de Bayer con el nombre comercial DESMODUR L75), precondensado de trimetilolpropano y diisocianato de xilileno (N.º CAS: 865621-91-6, obtenible comercialmente de Mitsui Chemicals con el nombre comercial TAKENATE D-110N). También se incluyen isocianatos modificados, tales como poliisocianatos alifáticos a base diisocianato de hexametileno y óxido de alquileño, especialmente óxido de etileno, (comercializados con el nombre de BAYHYDUR™), por ejemplo, BAYHYDUR™ XP 2547 (obtenible comercialmente de Bayer); y mezclas de los mismos. Las poliaminas pueden seleccionarse del grupo que consiste en 1,2-etilendiamina, 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, hidrazina, 1,4-diaminociclohexano, 1,3-diamino-1-metilpropano, dietilentriamina, trietilentetramina, éter bis(2-metilaminoetilico) (N.º CAS: 3033-62-3), guanidina (N.º CAS: 113-00-8), sal de carbonato de guanidina (N.º CAS 593-85-1), 3,5-diamino-1,2,4-triazol (N.º CAS: 1455-77-2), melamina, urea, poliaminas poliméricas tales como poli(vinilamina), como la disponible comercialmente con el nombre comercial LUPAMINE™ (de BASF), poli(etilenimina) (N.º CAS: 9002-98-6), como la disponible comercialmente con el nombre comercial LUPASOL™ (de BASF); poli(eteramina), como la disponible comercialmente con el nombre comercial JEFFAMINE™ (de Huntsman); y mezclas de las mismas.

El emulsionante es preferiblemente un estabilizante polimérico seleccionado del grupo que consiste en copolímeros maleico/vinílico, lignosulfonatos de sodio, copolímeros de anhídrido maleico y estireno, copolímeros de etileno y anhídrido maleico y copolímeros de óxido de propileno, etilendiamina y óxido de etileno, polivinilpirrolidona, alcoholes polivinílicos, ésteres de ácidos grasos de sorbitol polioxi-etileno y dodecilsulfato de sodio. La polivinilpirrolidona y los alcoholes polivinílicos forman el polímero de tipo G, con un grado de hidrólisis en el intervalo del 85 al 99,9 %, obtenible comercialmente con el nombre comercial GOSHENOL™ de Nippon Gohsei Nichigo.

Al ejecutar la etapa c) la adición de polímero hiperramificado puede hacerse antes de hacer reaccionar los monómeros, pre-polímeros o precondensados formadores de la cubierta, o durante la reacción de estos materiales. La cantidad total de polímero hiperramificado puede añadirse en una operación, o puede añadirse secuencialmente y/o en porciones.

La cantidad de polímero hiperramificado añadida puede variar dentro de amplios límites, y se añade en una cantidad de aproximadamente el 0,01 a aproximadamente el 1 % en peso, más particularmente de aproximadamente el 0,02 a aproximadamente el 0,5 % en peso y aún más particularmente del 0,05 al 0,25 % en peso, con respecto al peso total del sistema (es decir, la emulsión en caso de que el polímero hiperramificado se añada antes de que tenga lugar la encapsulación o la suspensión pastosa en caso de que el polímero hiperramificado se añada durante o después de la encapsulación).

El grado de incorporación del polímero hiperramificado en o sobre la cubierta de microcápsula puede obtenerse restando la cantidad de polímero hiperramificado libre presente en la suspensión pastosa después de la finalización del proceso de recubrimiento de la cantidad nominal de polímero hiperramificado inicialmente añadida al sistema.

Una ventaja considerable de los polímeros hiperramificados en comparación con los polímeros lineales que se usan convencionalmente como adyuvantes de deposición reside en su bajo potencial espesante, lo que permite su uso en cantidades mucho mayores en suspensiones pastosas de microcápsulas sin inducir problemas de alta viscosidad. Esto da como resultado una mayor incorporación de polímero hiperramificado en o sobre la cubierta de las microcápsulas.

La cantidad de polisacáridos hiperramificados libres presentes en la suspensión pastosa puede determinarse por el método de Alabamesh (A. Albalasmeh *et al.*, *Carbohydr. Poly.* 2013, 97, 253-261), basado en la determinación colorimétrica de carbohidratos de Dubois (M. Dubois *et al.*, *Anal. Chem.* 1956, 28, 350-356). El método implica la separación de las microcápsulas de la fase acuosa de la suspensión pastosa por centrifugación, la adición de ácido sulfúrico concentrado al sobrenadante diluido y la medición de la absorbancia de UV/VIS a una longitud de onda de 350 nm. En el ejemplo 2 se proporciona un procedimiento detallado.

Normalmente, del 40 al 99 %, más particularmente del 50 al 80 % y aún más particularmente del 55 al 70 % del polímero hiperramificado añadido está efectivamente incluido en y/o fijado sobre la cubierta de las microcápsulas.

Aunque la adición a la suspensión pastosa de uno o más agentes de suspensión, un conservante o cualquier otro excipiente convencional es opcional, es convencional estabilizar una suspensión pastosa añadiendo ciertos excipientes bien conocidos.

Por ejemplo, una vez que se forma la suspensión pastosa, puede añadirse un agente de suspensión a la misma para evitar la separación de fases de dicha suspensión pastosa, tal como por formación de nata o sedimentación. En la presente invención puede emplearse cualquier agente de suspensión convencional. Los agentes de suspensión convencionales incluyen, pero no se limitan a un hidrocoloide seleccionado del grupo que consiste en almidón y derivados de almidón, tales como almidón modificado, dextrina, maltodextrina; gomas, tales como goma arábiga o goma de acacia, goma xantana, goma tragacanto, goma karaya, goma guar; celulosa y derivados de celulosa, tales como carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, condensado de hidroxietilcelulosa y epóxido de laurildimetilamonio, hidroxipolipilcelulosa, celulosa catiónica (por ejemplo policuaturnio 4), goma de celulosa; carragenina; agar-agar; pectinas y ácido péctico; gelatina; hidrolizados de proteínas; polímeros y copolímeros de monómeros de vinilo y alilo, tales como polivinilpirrolidona, poli(vinilpirrolidona-co-acetato de vinilo), poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo) (más particularmente poli(acetatos de vinilo) hidrolizados con un grado de hidrólisis de entre el 85 y el 92 %), homopolímeros y copolímeros de esteres vinílicos, tales como acetato de vinilo, pivalato de vinilo, versatato de vinilo; poli(éter metílico de vinilo), poli(vinilalquilaminas), tales como polivinilmetilamina, polivinilalquilaminas cuaternizadas, vinilpiridina y vinilpiridina cuaternizada, vinilimidazolina, vinilimidazol, vinilimidazolinio, cloruro de dimetildialilamonio, homopolímeros y/o copolímeros de sulfonato de vinilo, poliaminas y poliiminas, poliaminas etoxiladas, polímeros, copolímeros y polímeros reticulados derivados de monómeros de (met)acrilato, tales como metilacrilato de metilo, metacrilato de etilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de laurilo, acrilato de alquilo C10-C30, (met)acrilato de hidroxialquilo, tal como acrilato de 2-hidroxipropilo y metacrilato de 2-hidroxipropilo, taurato de acrilamidodimetilo; (met)acrilatos de arilo, tales como acrilato de fenilo y acrilato de bencilo, ácidos (met)acrílicos y sus sales, tales como (met)acrilatos de sodio y potasio, acriloldimetiltaurato de sodio; (met)acrilamidas; *N*-alquil(met)acrilamidas, tales como metacrilato de *N,N*-dimetilaminoalquilo; *N*-alquil(met)acrilamidas cuaternizadas, tales como cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio; cloruro de acrilamidotiltrimonio; cloruro de acrilamidolauriltrimetilamonio; y sulfonatos de (met)acrilamidoalquilo, poli(anhídrido maleico) y poli(anhídrido maleico-co-éter vinílico), y sus hidrolizados; copolímero de poli(ácido acrílico-co-ácido maleico), poli(óxido de alquilenol), poliuretanos y poliureas, tales como poliuretanos y poliureas aniónicos, catiónicos, no iónicos y anfóteros; copolímeros mixtos de los mismos; y mezclas de los mismos.

También es convencional añadir conservantes biológicos a suspensiones pastosas acuosas para evitar el crecimiento no deseado de mohos y otros microorganismos.

Los conservantes adecuados incluyen, pero no se limitan a compuestos cuaternarios, compuestos de biguanida (N.^{os} CAS: 32189-58-0, 27083-27-8, 28757-47-3, 133029-32-0), poliaminopropilbiguanidina, hexetidina, *para*-cloro-*meta*-cresol, metenamina, 3-bis(hidroximetil)-5,5-dimetilimidazolidino-2,4-diona, cuaternio 15, ácido benzoico, ácido salicílico, ácido undec-10-enoico, ácido fórmico, bifenil-2-ol y sus sales, ácido 4-hidroxibenzoico y sus ésteres y sales; ácido sórbico y sus sales, isotiazolinonas, 2-bromo-2-nitro-1,3-propanodiol, 5-bromo-5-nitro-1,3-dioxano, 2-(tiazol-4-il)bencimidazol, carbamato de bencimidazol, 3-(4-clorofenil)-1-(3,4-diclorofenil)urea, carbamato de 3-yodo-2-propinilbutilo, etil(2-mercaptobenzoato-(2-)-*O,S*)mercurato(1-) de sodio, 5-cloro-2-(2,4-diclorofenoxi)fenol, alcohol diclorobencílico, cloroxilenol, imidazolidinilurea, fenoxietanol, alcohol bencílico y mezclas de los mismos.

Las composiciones en forma de suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta pueden incorporarse en todo tipo de productos de consumo. Sin embargo, para algunas aplicaciones podría ser deseable añadir las microcápsulas de centro y cubierta en forma de polvo seco. Por tanto, según la presente invención, en una etapa opcional para deshidratar la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de centro y cubierta en forma de polvo, la suspensión pastosa puede deshidratarse para proporcionar la composición de la presente invención en forma de polvo seco.

Si se desea, las microcápsulas pueden aislarse en forma de polvo seco. Por ejemplo, las cápsulas sólidas pueden aislarse por filtración y secarse. El secado de las cápsulas aisladas puede realizarse por calentamiento, por ejemplo, en un horno o por contacto con una corriente de gas calentado. Preferiblemente, el secado de la dispersión se lleva a cabo mediante secado por pulverización o secado en lecho fluido. Las técnicas y aparatos de secado por pulverización son bien conocidos en la técnica. Un proceso de secado por pulverización hace pasar las cápsulas suspendidas a través de una boquilla y a una cámara de secado. Las cápsulas pueden ser arrastradas en un fluido (tal como aire) que se mueve dentro de una cámara de secado. El fluido (que puede calentarse, por ejemplo, a una temperatura de 150 y 120 °C, más preferiblemente de entre 170 °C y 200 °C, y aún más preferiblemente de entre 175 °C y 185 °C) hace que el líquido se evapore y deja las cápsulas secas que luego pueden recogerse del equipo de proceso y procesarse adicionalmente.

Antes o después de la etapa de secado por pulverización, puede ser deseable añadir a la suspensión pastosa un adyuvante de flujo, tal como sílice o similar, para garantizar la producción de microcápsulas en polvo finas, de flujo libre, con aceite de perfume de baja superficie. Los adyuvantes de flujo incluyen sílices o silicatos, tales como sílices precipitados, pirógenas o coloidales, almidones, carbonato de calcio, sulfato de sodio, celulosa modificada, zeolitas u otras partículas inorgánicas conocidas en la técnica.

La suspensión pastosa de microcápsulas puede secarse por pulverización en una torre de secado por pulverización convencional, mediante una boquilla de dos fluidos, o secarse por centrifugación en un secador centrífugo convencional. Si se desea, puede añadirse al menos un hidrocoloide a la suspensión pastosa de microcápsulas, como tal o en forma de solución acuosa. Los hidrocoloides típicos incluyen almidón, almidón modificado, tal como dextrina modificada con anhídrido octenilsuccínico, y goma arábica. Opcionalmente, también pueden añadirse maltodextrinas y alcoholes de azúcar, tales como sorbitol, manitol o maltitol. El hidrocoloide puede contener en sí mismo un material funcional. Este material funcional puede ser el mismo o una forma diferente del material central en la cápsula. Esto se logra realizando la etapa de (1) emulsionar un segundo material funcional en una solución acuosa de hidrocoloides, que comprende opcionalmente maltodextrinas y azúcares o alcoholes de azúcar para formar una segunda suspensión pastosa, (2) mezclar la segunda suspensión pastosa con una suspensión pastosa de microcápsulas que comprende un primer material funcional y (3) secar esta mezcla. Un proceso de este tipo se describe en el ejemplo 5 del documento WO 2007/137441 A1.

Por medio de la presente invención es posible obtener composiciones en forma de suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta con un alto contenido de centro, normalmente dentro del intervalo del 30 al 50 % en peso, y más particularmente del 35 al 45 % en peso.

Aún más, las microcápsulas de centro y cubierta pueden tener un diámetro medio en volumen de 0,5 a 25 μm , más particularmente de 1 a 20 μm , aún más particularmente de 5 a 15 μm , por ejemplo, de $10 \pm 2 \mu\text{m}$.

El tamaño de las microcápsulas puede determinarse de una manera conocida en la técnica. Un método particular de medición del tamaño de partícula es la dispersión de luz. Las mediciones de la dispersión de luz pueden hacerse con un instrumento Malvern Mastersizer 2000S y la teoría de dispersión de Mie. El principio de la teoría de Mie y cómo puede usarse la dispersión de luz para medir el tamaño de las gotículas pueden encontrarse, por ejemplo, en la publicación de H. C. van de Hulst, *Light scattering by small particles*, Dover, Nueva York, 1981. La información primaria proporcionada por la dispersión de luz estática es la dependencia angular de la intensidad de la dispersión de luz, que a su vez está vinculada al tamaño y la forma de las gotículas. Sin embargo, en un método de operación estándar, el tamaño de una esfera con un tamaño equivalente al tamaño del objeto de difracción, cualquiera que sea la forma de este objeto, se calcula mediante el software patentado de Malvern proporcionado con el aparato. En el caso de muestras polidispersas, la dependencia angular de la intensidad de dispersión global contiene información sobre la distribución de tamaños en la muestra. El resultado es un histograma que representa el volumen total de gotículas que pertenecen a una clase de tamaño dada en función del tamaño de la cápsula, en donde puede elegirse un número arbitrario de 50 clases de tamaño. Por tanto, el tamaño obtenido se denomina tamaño de partícula medio en volumen.

Experimentalmente, se añaden unas pocas gotas de suspensión pastosa a una corriente circulante de agua desgasificada que fluye a través de una celda de dispersión. La distribución angular de la intensidad de dispersión se mide y analiza mediante el software patentado de Malvern para proporcionar el tamaño medio y la distribución de tamaños de las gotículas presentes en la muestra. En el caso de una distribución de gotículas unimodal (monodispersa) se usan los percentiles $D_v(10)$, $D_v(50)$ y $D_v(90)$ como característicos de la distribución de tamaño de gotículas, mientras que $D_v(50)$ corresponde a la mediana de la distribución y se toma como medida del tamaño medio en volumen de las microcápsulas. Las composiciones según la presente invención pueden incorporarse en todo tipo de productos de consumo.

Los productos de consumo típicos de interés para la presente invención incluyen composiciones de limpieza para el cuidado personal, tales como champús, geles de baño y ducha, jabones líquidos, pastillas de jabón y similares, productos para el cuidado de la ropa, tales como detergentes, y productos para el cuidado del hogar, tales como limpiadores de superficies duras.

En muchos casos, los productos de consumo de interés para la presente invención contienen tensioactivos, tales como tensioactivos aniónicos, catiónicos, anfóteros o no iónicos.

En una realización preferida de la presente invención, el producto de consumo que comprende una composición como se indica anteriormente en el presente documento es un champú que comprende tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos, disolventes solubles en agua, uno o más conservantes y opcionalmente agentes beneficiosos que pueden seleccionarse del grupo que consiste en hidratantes, emolientes, espesantes, agentes anticasca, agentes promotores del crecimiento del cabello, vitaminas, nutrientes, tintes, colorantes para el cabello y similares.

Los ingredientes de formulación típicos para uso en un champú con o sin microcápsulas pueden encontrarse, por ejemplo, en los documentos EP 0 191 564 A2 o WO 1997/023194 A1.

Las microcápsulas están preferiblemente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 al 5 % en peso, más particularmente de aproximadamente el 0,1 al 2,5 % en peso y aún más particularmente de aproximadamente el 0,2 al 1 % en peso del producto de cuidado personal, con respecto al peso total de la composición de champú.

En otra realización de la presente invención, el producto de consumo que comprende microcápsulas de centro y cubierta es un jabón líquido que comprende uno o más tensioactivos aniónicos y otros tensioactivos que pueden seleccionarse del grupo que consiste en mezclas de ácidos grasos y ácidos grasos neutralizados, tensioactivos de óxidos de amina, tensioactivos no iónicos, tensioactivos de iones dipolares y mezclas de los mismos; electrolitos; uno

o más conservantes; y opcionalmente agentes beneficiosos que pueden seleccionarse del grupo que consiste en agentes de control del pH, agentes para cuidado de la piel, hidratantes, emolientes, espesantes, vitaminas, nutrientes y tintes.

5 Los ingredientes de formulación típicos para uso en jabones líquidos pueden encontrarse, por ejemplo, en los documentos CA 2812137 A1 o US 2003/0050200 A1.

Las microcápsulas de centro y cubierta están preferiblemente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 al 5 % en peso, más particularmente de aproximadamente el 0,1 al 2,5 % en peso y aún más particularmente de aproximadamente el 0,2 al 1 % en peso del producto de cuidado personal, con respecto al peso total de la composición de jabón líquido.

10 En otra realización de la presente invención, el producto de consumo que comprende microcápsulas de centro y cubierta es un gel de ducha que comprende uno o más tensioactivos aniónicos y otros tensioactivos que pueden seleccionarse del grupo que consiste en mezclas de ácidos grasos y ácidos grasos neutralizados, tensioactivos de óxidos de amina, tensioactivos no iónicos, tensioactivos de iones polares, tensioactivos de óxidos de amina, tensioactivos de óxidos de amina, y mezclas de los mismos; electrolitos, tales como uno o más conservantes; y
15 opcionalmente agentes beneficiosos que pueden seleccionarse del grupo que consiste en espesantes, agentes de control del pH; agentes para cuidado de la piel, hidratantes, emolientes, espesantes, vitaminas, nutrientes, tintes y similares.

Los ingredientes de formulación típicos para uso en geles de ducha pueden encontrarse, por ejemplo, en los documentos US 5,607,678 o US 2012/0263668 A1.

20 Las microcápsulas de centro y cubierta están preferiblemente en una cantidad de aproximadamente el 0,01 al 5 % en peso, más particularmente de aproximadamente el 0,1 al 2,5 % en peso y aún más particularmente de aproximadamente el 0,2 al 1 % en peso del producto de higiene personal, con respecto al peso total de la composición de gel de ducha.

25 Una vez depositadas sobre las superficies queratinosas, las microcápsulas de centro y cubierta son capaces de liberar el material funcional por difusión a través de la cubierta de las microcápsulas o después de la rotura mecánica de la cubierta de las microcápsulas. La rotura mecánica puede deberse a una acción mecánica, tal como frotamiento, compresión, peinado, lavado y similares, o a calentamiento, por ejemplo, mediante un secador de pelo.

La liberación por difusión es particularmente deseada si el material funcional es una composición de fragancia, porque, en este caso, puede percibirse un olor agradable durante largo tiempo, por ejemplo, varias horas, después de la
30 aplicación de las microcápsulas sobre el sustrato. Por otra parte, una rotura mecánica puede provocar un aumento del olor sorprendente y agradable.

Otras ventajas y características particulares de la presente invención resultan evidentes de la figura 1 y de la siguiente exposición de varios ejemplos.

35 La figura 1 ilustra la resistencia a la deposición y el aclarado de las composiciones de champú y acondicionador para cuidado del cabello obtenidas en el ejemplo 3.

Ejemplo 1:

Preparación de microcápsulas de centro y cubierta de aminoplasto que comprenden un polímero hiperramificado incluido en la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta y una fragancia como material central.

Las microcápsulas se prepararon mediante las etapas de:

- 40 a) preparar una solución acuosa con 72 g de emulsionante LUPASOL™ PA 140 (de BASF, 20 % de principio activo, cantidad eficaz de principio activo: 14 g), 19 g de precursor de resina LURACOLL™ SD (de BASF, 70 % de principio activo, cantidad eficaz de principio activo: 13,3 g), 6,7 g de resorcinol y 324 g de agua;
- b) emulsionar 355 g de fragancia en la solución acuosa obtenida en la etapa a) por mezclado a una velocidad de agitación de 1.000 rpm, con un agitador de paletas cruzadas con paletas inclinadas;
- 45 c) ajustar el pH de la emulsión obtenida en a) a un valor de $3,5 \pm 0,3$ añadiendo 11,1 g de ácido fórmico al 10 % y calentando la emulsión a 90°C;
- d) mantener la temperatura a 90 °C durante un periodo de una hora con agitación para formar una pared de resina de aminoplasto termoendurecible alrededor de las gotículas, y formar de este modo una suspensión pastosa de microcápsulas con un diámetro de 10 micrómetros (μm);
- 50 e) añadir una cantidad definida de una solución del polisacárido hiperramificado seleccionado al 2 % en peso en agua (como se especifica a continuación);

f) añadir 11,1 g de ácido fórmico al 10 % y 11,1 g de precursor de resina LURACOLL™ SD (de BASF, 70 % de principio activo, cantidad eficaz de principio activo: 7,8 g), mientras se mantiene la temperatura a 90 °C durante 2 horas adicionales;

5 g) enfriar la suspensión pastosa a temperatura ambiente y añadir 3,2 g de una solución al 10 % de amoníaco en agua para obtener un pH de entre 5,5 y 7.

Las cantidades definidas de la solución de polisacárido hiperramificado al 2 % en peso en agua fueron 50 g de solución (correspondientes al 0,1% en peso de polisacárido hiperramificado en la suspensión pastosa) y 150 g de solución (correspondientes al 0,3 % en peso de polisacárido hiperramificado en la suspensión pastosa). El polisacárido hiperramificado era amilopectina.

10 El contenido de sólidos de la suspensión pastosa se midió mediante una balanza térmica a 120 °C. El contenido de sólidos, expresado como porcentaje en peso de la suspensión pastosa inicial depositada en la balanza se tomó en el punto en el que la velocidad de cambio de peso inducida por el secado había descendido por debajo del 0,1 %/min. El contenido de sólidos de la suspensión pastosa fue del 42 ± 1 % en peso. Un ejemplo comparativo sin polímero hiperramificado se obtiene sustancialmente por el mismo proceso que se ha descrito anteriormente, pero con la omisión de la etapa f) de adición del polímero hiperramificado.

Ejemplo 2:

Determinación del polisacárido libre en suspensiones pastosas preparadas según el ejemplo 1.

La cantidad de polisacárido libre se determina mediante las etapas de:

20 a) diluir la suspensión pastosa para obtener un contenido de sólidos de aproximadamente el 10 % en peso (factor de dilución 4);

b) centrifugar la suspensión diluida durante 30 minutos a 3.000 rpm;

c) tomar muestras del sobrenadante con una jeringa y ultracentrifugar este sobrenadante durante 30 minutos a 13.000 rpm;

d) tomar muestras de nuevo del sobrenadante y filtrar este sobrenadante a través de un filtro microporoso;

25 e) mezclar 3 ml de sobrenadante filtrado diluido 10 veces en agua desionizada con 7 ml de ácido sulfúrico concentrado al 98 % en volumen (suministrado por Sigma Aldrich);

f) enfriar la mezcla y completar hasta 10 ml con agua desionizada;

g) medir la absorbancia a una longitud de onda de 350 nm y comparar el valor de la absorbancia con los de una curva de calibración obtenida a partir de soluciones estándar de polímeros hiperramificados.

30 Las cantidades de polímero hiperramificado libre en las diferentes muestras se presentan en la tabla 1 a continuación.

La cantidad de polímero hiperramificado incluido en la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta se obtiene restando la cantidad de polímero hiperramificado libre de la cantidad total de polímero hiperramificado añadido a la suspensión pastosa.

Ejemplo 3:

35 Preparación de composiciones de champú y acondicionador para cuidado del cabello y datos de deposición.

Las suspensiones pastosas de microcápsulas del ejemplo 1 se añadieron a una composición de champú con agitación suave mediante un mezclador de paletas, de modo que la cantidad suspensión pastosa en la base de champú fue del 0,5 % en peso con respecto al peso total de la base de champú. La mezcla se dejó macerar durante la noche antes de realizar las mediciones de deposición. Se aplicaron 4,8 g de la base sobre 48 g de muestras de cabello frotando durante 20 segundos. Las muestras se dejaron reposar durante 1 minuto y después se aclararon durante 30 segundos con agua corriente del grifo a 37 °C a un caudal de 3,2 l/min, sin tocar la muestra con la mano.

40 Los valores de deposición se obtuvieron mediante micrográficas de análisis de imágenes obtenidas con un microscopio óptico de fluorescencia con un aumento de 40 x y con el software Stream Motion y Hostasol Yellow 3G como agente fluorescente al 0,02 % en peso en el perfume, a una longitud de onda de excitación de 450 nm y una longitud de onda de emisión de 500 nm.

45 En el caso del acondicionador para el cabello, las suspensiones de microcápsulas del ejemplo 1 se añadieron a una composición acondicionadora para cuidado del cabello con agitación suave mediante un mezclador de paletas, de modo que la cantidad de suspensión en la base acondicionadora para cuidado del cabello fue del 1 % en peso con respecto al peso total de la base acondicionadora para cuidado del cabello. Se aplicaron 1,5 g de acondicionador para cuidado del cabello sobre muestras de 15 g humidificadas con 12 g de agua. Las muestras se sometieron a un masaje,

se dejaron reposar durante 1 minuto y después se aclararon durante 30 segundos con agua corriente del grifo a 37 °C a un caudal de 3,2 l/min, sin tocar la muestra con la mano.

Los valores de deposición se determinaron como se ha descrito anteriormente en el presente documento para el caso del champú.

- 5 Las composiciones de las bases de champú y acondicionador modelo para cuidado del cabello se indican en las tablas 2 y 3.

Tabla 1: Resultados para el champú

Muestra	Polímero	Cantidad total de polímero en la suspensión pastosa [%]	Cantidad de polímero libre [%]	Polímero incluido en la cubierta [%]	Deposición [cápsulas/mm ²]
1	Ninguno				0,3 ± 0,1
2	Hemicelulosa lineal	0,3	0,17	0,13	0,9 ± 0,1
3	Amilopectina	0,1	0,035	0,065	1,8 ± 0,4
4	Amilopectina	0,3	0,12	0,18	1,7 ± 0,2

Tabla 2: Resultados para el acondicionador para cuidado del cabello

Muestra	Polímero	Cantidad total de polímero en la suspensión pastosa [%]	Cantidad de polímero libre [%]	Polímero incluido en la cubierta [%]	Deposición [cápsulas/mm ²]
1	Ninguno				0,3 ± 0,2
2	Hemicelulosa lineal	0,3	0,17	0,13	2 ± 0,9
3	Amilopectina	0,1	0,035	0,065	4,5 ± 1,6
4	Amilopectina	0,3	0,12	0,18	4,7 ± 1,6

10

Los resultados de las tablas 1 y 2 se ilustran en la figura 1. Confirman que las microcápsulas de centro y cubierta con una cubierta que comprende un polímero hiperramificado muestran mejor deposición y resistencia al aclarado sobre el cabello tanto para composiciones de champú como de acondicionador, en comparación con situaciones en las que no se usa ningún polímero o se usa un polímero lineal,

15

Tabla 3: Composición base de champú modelo

Nombre comercial del ingrediente	Nombre INCI	Porcentaje en peso en champú
PROPILENGLICOL	Propylene Glycol	1,00
JAGUAR™ C-13S (de RHODIA)	Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride	0,25
MARLINAT™ 242/28 (de SASOL)	Sodium Laureth Sulfate	25,00
DEHYTON™ AB 30 (de COGNIS)	Coco Betaine	5,00
EUPERLAN™ PK 3000 (de COGNIS)	Glycol distearate, Laureth-4, Cocoamidopropyl Betaine	0,50
GLYDANT™ PLUS LIQ (de LONZA)	DMDM Hydantoin	0,50
CLORURO SÓDICO	Sodium Chloride	1,20
BC 2102 (de BALLU CHIMIE)	Dimethiconol Emulsion	2,00
AGUA DESIONIZADA		cantidad necesaria hasta 100

Tabla 4: Composición base de acondicionador para el cabello modelo

Nombre comercial del ingrediente	Nombre INCI	Porcentaje en peso en acondicionador
PHENONIP™ (de CLARIAN)	Phenoxyethanol, Butyl, Ethyl, Propyl Parabens	0,70
BRIJ™ 721 (de UNIQEMA/MASSO)	Steareth-21	2,00
LANETTE™ 16 (de COGNIS)	Cetyl Alcohol	1,00
PROPILENGLICOL (de PRODH'YG)	Propylene Glycol	4,00
NATROSOL™ 250H (de AQUALON)	Hydroxyethylcellulose	0,90
INCROQUAT™ CTC 30 (de CRODA)	Cetrimonium Chloride	2,00
AGUA DESIONIZADA		Cantidad necesaria hasta 1.100

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición que comprende al menos una microcápsula de centro y cubierta en un medio de suspensión para su deposición sobre un sustrato queratinoso, en donde dicha microcápsula comprende un centro y una cubierta alrededor de dicho centro, en donde la cubierta comprende un polisacárido hiperramificado seleccionado del grupo que consiste en amilopectinas, dextrinas, almidones hiperramificados, glucógeno y fitoglucógeno, y mezclas de los mismos, en donde la cantidad de polisacárido hiperramificado es del 0,01 al 1 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas y en donde el polímero hiperramificado está incluido en y/o fijado sobre la cubierta de la microcápsula.
- 10 2. Una composición según la reivindicación 1, en donde la relación entre enlaces 1,6'-glucosídicos y enlaces 1,4'-glucosídicos en el polisacárido hiperramificado es superior a 1/50, más particularmente superior a 1/40 y aún más particularmente superior a 1/35.
- 15 3. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cantidad de polímero hiperramificado es del 0,02 al 0,5 % en peso y más particularmente del 0,05 al 0,25 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas.
- 20 4. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el centro comprende un ingrediente de fragancia, un ingrediente cosmético o una mezcla de los mismos.
- 5 5. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la cubierta de la al menos una microcápsula de centro y cubierta comprende una resina termoendurecible, en particular una resina termoendurecible seleccionada del grupo que consiste en resinas de aminoplasto, resinas de poliurea, resinas poliacrílicas y mezclas de las mismas.
- 25 6. Un método para incluir y/o fijar un polisacárido hiperramificado en y/o sobre cubiertas de microcápsulas, que comprende las etapas de:
 - dispersar gotículas de un material central en un medio de suspensión, que comprende en particular un emulsionante, en presencia de monómeros, prepolímeros o precondensados formadores de la cubierta para obtener una emulsión;
 - hacer reaccionar los monómeros, prepolímeros o precondensados en la interfase entre las gotículas y el medio de suspensión para obtener una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta;
 - añadir un polisacárido hiperramificado;
 - obtener una composición que comprende una suspensión pastosa de microcápsulas de centro y cubierta, en donde el polisacárido hiperramificado está incluido y/o fijado en y/o sobre la cubierta de las microcápsulas de centro y cubierta;
 - añadir opcionalmente a la suspensión pastosa uno o más agentes de suspensión o conservantes;
 - deshidratar opcionalmente la suspensión pastosa para formar una composición de microcápsulas de centro y cubierta, en particular en forma de polvo;
- 30 en donde el polisacárido hiperramificado se selecciona del grupo que consiste en amilopectinas, dextrinas, almidones hiperramificados, glucógeno y fitoglucógeno, y mezclas de los mismos, en donde la cantidad de polisacárido hiperramificado es del 0,01 al 1 % en peso, con respecto al peso total de la suspensión de microcápsulas.
- 35 7. Una microcápsula obtenible mediante un método según la reivindicación 6.
- 40 8. Un método para mejorar la deposición de al menos una microcápsula de centro y cubierta sobre una superficie queratinosa, en donde el método comprende la etapa de incluir y/o fijar un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de dicha microcápsula de centro y cubierta mediante un método según la reivindicación 6.
- 45 9. Un método para aumentar la resistencia al aclarado de al menos una microcápsula de centro y cubierta depositada sobre una superficie queratinosa, en donde el método comprende la etapa de incluir y/o fijar un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de la microcápsula de centro y cubierta mediante un método según la reivindicación 6.
- 50 10. Uso de un polímero hiperramificado para mejorar la deposición de al menos una microcápsula de núcleo y cubierta sobre una superficie queratinosa mediante la inclusión y/o la fijación del polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de dicha microcápsula de centro y cubierta mediante un método según la reivindicación 6.
11. Uso de un polímero hiperramificado para aumentar la resistencia al aclarado de al menos una microcápsula de

centro y cubierta depositada sobre una superficie queratinosa, mediante la inclusión y/o la fijación de un polímero hiperramificado en y/o sobre la cubierta de la microcápsula de centro y cubierta mediante un método según la reivindicación 6.

12. Un producto de consumo que comprende una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
- 5 13. Un producto de consumo según la reivindicación 12, en donde el producto de consumo es un champú, un acondicionador para cuidado del cabello, un gel de ducha o un jabón líquido,

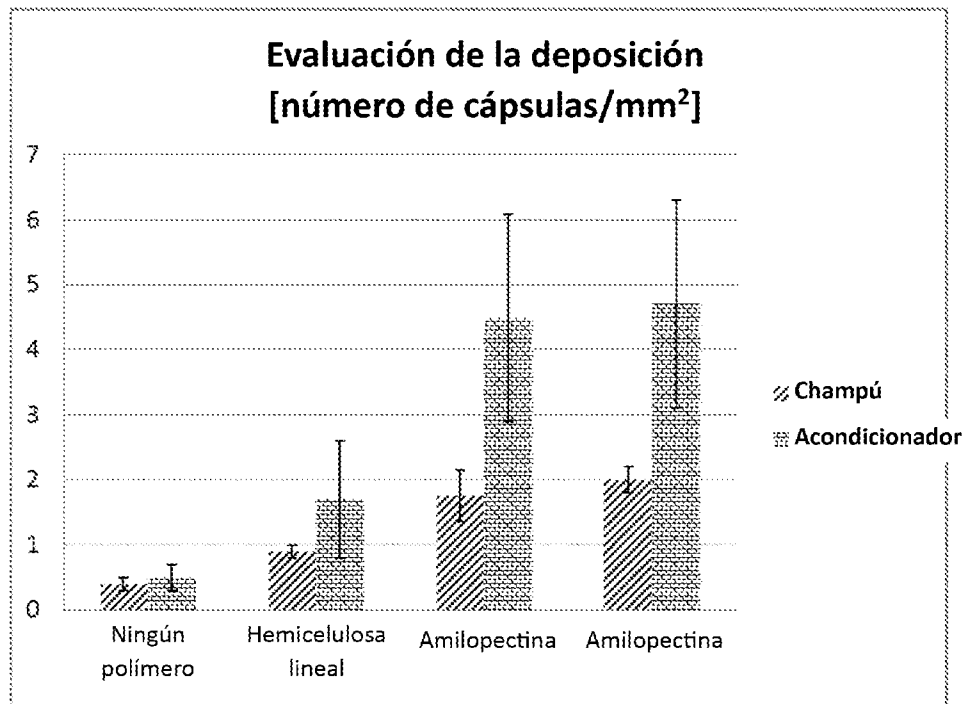


Figura 1