(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **3 006 287**

(51) Int. Cl.:

B01J 13/16 (2006.01)
A01N 25/28 (2006.01)
A61K 8/11 (2006.01)
A61K 9/48 (2006.01)
A61Q 19/00 (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01)
C09B 67/02 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.08.2020 PCT/EP2020/073462**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **04.03.2021 WO21037703**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.08.2020 E 20760839 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.12.2024 EP 4021629**

(54) Título: **Mejoras en o relacionadas con compuestos orgánicos**

(30) Prioridad:

29.08.2019 GB 201912382

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.03.2025

(73) Titular/es:

GIVAUDAN SA (100.00%)
Chemin de la Parfumerie 5
1214 Vernier, CH

(72) Inventor/es:

AUSSANT, EMMANUEL;
BENAROUS, NAWAL;
GUINEBRETIERE, SANDRA y
POELS, EDUARD

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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 o relacionadas con compuestos orgánicos

La presente invención se refiere a composiciones encapsuladas que comprenden al menos una microcápsula de núcleo-cubierta. La invención también se refiere a un método para preparar tales composiciones y a su uso para potenciar el rendimiento de un agente beneficioso en un producto de consumo.

Se conoce la incorporación de agentes beneficiosos encapsulados en productos de consumo, tales como productos para el cuidado del hogar, cuidado personal y cuidado de tejidos. Los agentes beneficiosos incluyen, por ejemplo, fragancias, agentes cosméticos, ingredientes alimentarios, nutracéuticos, fármacos y potenciadores de sustratos.

Las microcápsulas que son particularmente adecuadas para el suministro de tales agentes beneficiosos son microcápsulas de núcleo-cubierta, en donde el núcleo comprende habitualmente el agente beneficioso y la cubierta es impermeable o parcialmente impermeable al agente beneficioso. Generalmente, estas microcápsulas se emplean en medios acuosos y los agentes beneficiosos encapsulados son hidrófobos. Puede usarse una amplia selección de materiales de cubierta, siempre que el material de cubierta sea impermeable o parcialmente impermeable al agente beneficioso encapsulado.

Los agentes beneficiosos se encapsulan por una variedad de motivos. Las microcápsulas pueden aislar y proteger tales materiales de medios de suspensión externos, tales como bases de productos de consumo, en las que pueden ser incompatibles o inestables. También se usan para ayudar en la deposición de agentes beneficiosos sobre sustratos, tales como piel o cabello, o también tejidos o superficies domésticas duras en caso de ingredientes de perfume. También pueden actuar como medio de control de la liberación espacio-temporal de un agente beneficioso.

En la técnica anterior se ha propuesto una amplia variedad de medios de encapsulación, así como agentes beneficiosos adecuados para la preparación de composiciones encapsuladas. Tales medios de encapsulación incluyen resinas sintéticas hechas de poliamidas, poliureas, poliuretanos, poliacrilatos, resinas derivadas de melamina, o mezclas de las mismas.

En muchos casos, la deposición y adherencia de tales microcápsulas sobre superficies lisas y especialmente sobre superficies queratinosas, tales como piel y cabello, son insuficientes y los beneficios esperados asociados con el uso de microcápsulas no son óptimos. Este es especialmente el caso para productos de aclarado que implican grandes cantidades de agua. En este caso, la falta de deposición puede deberse a la dilución de las microcápsulas. Grandes volúmenes de agua de aclarado también pueden eliminar por lavado las microcápsulas de la superficie.

El documento WO 2011/161229 A1 describe composiciones de fragancia encapsuladas que comprenden microcápsulas de núcleo-cubierta con una cubierta hecha de una resina de poliurea formada por reacción de dos isocianatos estructuralmente diferentes. Estas microcápsulas muestran una buena deposición sobre superficies queratinosas en aplicaciones de aclarado. Los documentos WO 2016/193435 A1, US 2018/015009 A1 y WO 2018/006089 A1 divulgan microcápsulas de núcleo-cubierta.

Sin embargo, se ha encontrado que, especialmente en el cuidado del cabello, el método de secado después del aclarado puede tener un efecto significativo sobre los beneficios proporcionados por las microcápsulas. Aunque se observaron generalmente una buena deposición y adherencia con el secado al aire, el uso de un secador de cabello resultó dar como resultado un rendimiento reducido.

Por lo tanto, un problema subyacente a la presente invención es superar los inconvenientes mencionados anteriormente en la técnica anterior. En particular, un problema subyacente a la presente invención es proporcionar composiciones encapsuladas del tipo mencionado anteriormente que muestren una deposición y adherencia mejoradas sobre el cabello después de secar el mismo con un secador de cabello. Estas microcápsulas deben mantener sus propiedades de liberación deseadas del agente beneficioso, durante la fabricación, el almacenamiento y la aplicación. Además, las composiciones deben poder producirse en un procedimiento operativamente seguro, robusto y rentable.

Estos problemas se resuelven mediante una composición encapsulada según la presente invención. Tal composición comprende al menos una microcápsula de núcleo-cubierta. La al menos una microcápsula de núcleo-cubierta comprende un núcleo que comprende al menos un agente beneficioso y una cubierta que rodea el núcleo. La cubierta comprende una resina de poliurea formada por reacción de al menos un isocianato trifuncional con al menos una amina polifuncional que no es quitosano. El al menos un isocianato trifuncional es un aducto de un triol alifático con al menos un diisocianato aralifático. La relación en peso entre restos de la resina de poliurea, que se derivan del isocianato trifuncional, y el núcleo está entre 0,09 y 0,30, preferiblemente entre 0,10 y 0,20, más preferiblemente entre 0,11 y 0,18. La cubierta comprende adicionalmente quitosano.

En el presente contexto, el término “agente beneficioso” se refiere a cualquier sustancia que, cuando se añade a un producto, puede mejorar la percepción de este producto por un consumidor o puede potenciar la acción de este producto en una aplicación. Los agentes beneficiosos típicos incluyen ingredientes de perfume, ingredientes de aroma, ingredientes cosméticos, agentes bioactivos (tales como bactericidas, repelentes de insectos y feromonas),

potenciadores de sustratos (tales como siliconas y abrillantadores), enzimas (tales como lipasas y proteasas), colorantes, pigmentos y nutracéuticos.

Los isocianatos orgánicos son compuestos en los que un grupo isocianato está unido a un residuo orgánico (R-N=C=O o R-NCO). En el contexto de la presente invención, los poliisocianatos (o isocianatos polifuncionales) son isocianatos orgánicos con dos o más (por ejemplo, 3, 4, 5, etc.) grupos isocianato en una molécula. Un isocianato trifuncional es un isocianato con tres grupos isocianato en una molécula.

Como se conoce en la técnica, el quitosano es un biopolímero derivado de quitina, que forma el exoesqueleto de los crustáceos y conserva la forma de diversos hongos, tales como ascomicetos, zigomicetos, basidiomicetos y deuteromicetos, por ejemplo *Absidia*, *Mucor*, *Aspergillus niger*, *Ganoderma lucidum* y *Rhizopus Oryzae*. La producción de quitosano implica la desacetilación alcalina o enzimática de quitina y se caracteriza por un grado de desacetilación. Existen tanto grados de desacetilación bajos, normalmente por debajo del 80 % de desacetilación, como grados de desacetilación altos, normalmente mayores o iguales al 80 % de desacetilación. El quitosano desacetilado es un copolímero que consiste en restos N-acetil-D-glucosamina y D-glucosamina. El grado de desacetilación puede determinarse mediante espectroscopia de resonancia magnética nuclear de ^{1}H y/o ^{13}C. El quitosano está disponible con pesos moleculares que varían normalmente de 3.000 y 5.000.000 g/mol. El peso molecular puede determinarse mediante medición de la viscosidad y/o cromatografía de permeación en gel, según métodos conocidos en la técnica.

En el contexto de la presente invención, el término "amina polifuncional que no es quitosano" denota aminas que comprenden al menos dos grupos capaces de reaccionar con grupos NCO, en donde al menos uno de los grupos capaces de reaccionar con grupos NCO es un grupo amino primario o secundario. Estas aminas no son estructuralmente idénticas al quitosano. Cuando la amina polifuncional contiene sólo un grupo amino primario o secundario, contendrá uno o más grupos funcionales adicionales que son capaces de reaccionar con grupos NCO en una reacción de polimerización. Los grupos de las aminas polifuncionales que son reactivos hacia grupos NCO se seleccionan preferiblemente de grupos hidroxilo y grupos amino primarios o secundarios. La reacción de grupos NCO con grupos amino conduce a la formación de grupos urea. La reacción de grupos NCO con grupos OH conduce a la formación de grupos uretano. Sin embargo, la reacción con grupos OH requiere a menudo un catalizador. La cantidad de aminas polifuncionales que se introduce está habitualmente en un exceso molar con relación a la cantidad estequiométrica necesaria para convertir los grupos isocianato libres.

Generalmente, "isocianatos o poliisocianatos aralifáticos" son compuestos en los que al menos un grupo isocianato está unido a un resto aromático a través de un residuo de alquilo, en particular un residuo de metileno.

Para evitar cualquier ambigüedad, que la "cubierta comprende adicionalmente quitosano" no significa necesariamente que, durante la encapsulación, el quitosano experimente una reacción con otros materiales formadores de cubierta, en particular con el al menos un isocianato trifuncional, para construir la resina de poliurea, aunque exactamente este podría ser el caso, como se explica adicionalmente en el presente documento a continuación. Más específicamente, la presente invención también abarca casos en los que las cubiertas de microcápsulas comprenden, por ejemplo, un recubrimiento de quitosano, lo que significa que el quitosano se deposita sobre las cubiertas. Por otro lado, el quitosano también puede quedar atrapado en las cubiertas de las microcápsulas.

Al abordar los problemas de la técnica anterior, se ha encontrado que usar una cantidad específica de al menos un isocianato trifuncional en combinación con quitosano en la formación de cubiertas de microcápsulas de poliurea da como resultado una deposición y adherencia mejoradas de las cápsulas sobre el cabello después de secarlas con un secador de cabello.

El triol alifático puede seleccionarse del grupo que consiste en 2-etilpropano-1,2,3-triol y 2-etil-2-(hidroximetil)propano-1,3-diol, preferiblemente 2-etilpropano-1,2,3-triol.

Preferiblemente, el al menos un diisocianato aralifático se selecciona del grupo que consiste en 1,2-bis(isocianatometil)benceno, 1,3-bis(isocianatometil)benceno, 1,4-bis(isocianatometil)benceno, 1-isocianato-2-(isocianatometil)benceno, 1-isocianato-3-(isocianatometil)benceno y 1-isocianato-4-(isocianatometil)benceno.

Isocianatos trifuncionales de este tipo están disponibles con las marcas comerciales Takenate D-110N (de Mitsui) o Desmodur Quix 175 (de Covestro). Tales isocianatos tienen la ventaja de ser más reactivos que los poliisocianatos alifáticos y menos reactivos que los poliisocianatos aromáticos. Sin estar ligado a ninguna teoría, puede suponerse que, debido a esta reactividad intermedia, la resina de poliurea formada durante la poliadición de poliisocianato aralifático con aminas polifuncionales está reticulada más homogéneamente que las obtenidas con poliisocianato aromático. Por otra parte, la reticulación es más eficiente que la obtenida con poliisocianatos alifáticos.

En una realización particular de la presente invención, el isocianato trifuncional es un aducto de 2-etilpropano-1,2,3-triol y 1,3-bis(isocianatometil)benceno.

Como se ha mencionado anteriormente, en una realización preferida de la presente invención, el quitosano se deposita sobre una superficie exterior de la carcasa que rodea el núcleo y/o el quitosano queda atrapado en la cubierta que rodea el núcleo. En este contexto, la composición puede comprender adicionalmente quitosano libre, ya que pueden ocurrir equilibrios de adsorción/desorción del quitosano.

En el contexto de la presente invención, el término "quitosano libre" se usa para describir quitosano que, cuando las microcápsulas se dispersan en un medio dispersante, se separa espacialmente de las microcápsulas por el medio dispersante.

Por otro lado, la resina de poliurea también puede formarse por reacción del al menos un isocianato trifuncional con la al menos una amina polifuncional que no es quitosano y con el quitosano. Sin estar ligado a ninguna teoría, el solicitante cree que usar quitosano como especie reactiva en la formación de la resina de poliurea hace que esta resina sea más viscoelástica, lo que, a su vez, promueve la adherencia de la cubierta de la microcápsula con los sustratos.

En otra realización preferida de la presente invención, la resina de poliurea se forma por reacción del al menos un isocianato trifuncional y un poliisocianato dispersable en agua con al menos una amina polifuncional que no es quitosano, y opcionalmente con el quitosano.

En el presente contexto, "poliisocianato dispersable en agua" se refiere a poliisocianatos que pueden dispersarse en forma de partículas sólidas finamente divididas o gotitas líquidas en medios acuosos.

Poliisocianatos dispersables en agua adecuados son, por ejemplo, aromáticos, alicíclicos o alifáticos.

El poliisocianato dispersable en agua es preferiblemente un poliisocianato modificado aniónicamente. Los poliisocianatos modificados aniónicamente comprenden al menos dos grupos isocianato y al menos un grupo funcional que es aniónico o anionogénico. Un "grupo funcional anionogénico" es un grupo que puede volverse aniónico dependiendo del entorno químico, por ejemplo el pH. Grupos aniónicos o anionogénicos adecuados son, por ejemplo, grupos ácido carboxílico, grupos ácido sulfónico, grupos ácido fosfónico y sales de los mismos.

El poliisocianato modificado aniónicamente puede comprender uno o más grupos ácido sulfónico o sales de los mismos. Las sales adecuadas pueden ser sales de sodio, potasio o amonio. Se prefieren las sales de amonio.

Preferiblemente, el poliisocianato modificado aniónicamente se obtiene por reacción de un poliisocianato con ácido 2-(ciclohexilamino)-etanosulfónico y/o ácido 3-(ciclohexilamino)-propanosulfónico.

Más preferiblemente, el poliisocianato modificado aniónicamente se obtiene por reacción de un poliisocianato con ácido 2-(ciclohexilamino)-etanosulfónico y/o ácido 3-(ciclohexilamino)-propanosulfónico, en donde el poliisocianato se selecciona de diisocianato de hexametileno, diisocianato de tetrametileno, diisocianato de isoforona, 4,4'-diisocianato de diciclohexilmetano, 2,4- y 2,6-diisocianato de toluileno y mezclas de isómeros de los mismos, diisocianatos de difenilmetano, biurets, alofanatos y/o isocianuratos de los poliisocianatos mencionados anteriormente.

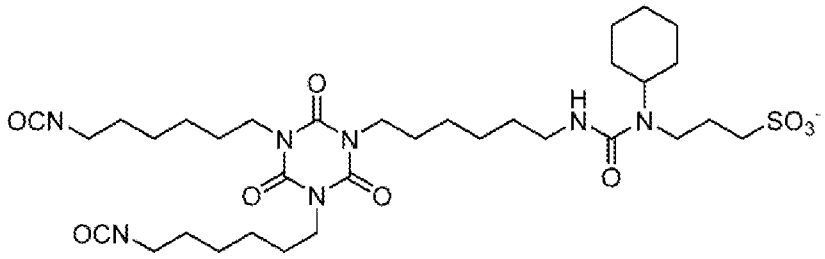
El poliisocianato modificado aniónicamente puede seleccionarse en cada caso de diisocianato de hexametileno modificado aniónicamente, diisocianato de isoforona, 4,4'-diisocianato de diciclohexilmetano, el isocianurato de diisocianato de hexametileno y mezclas de los mismos.

Preferiblemente, el poliisocianato modificado aniónicamente tiene:

- una funcionalidad isocianato promedio de al menos 1,8,
- un contenido de grupos isocianato (calculado como NCO; peso molecular = 42) del 4,0 al 26,0 % en peso,
- un contenido de grupos sulfonato (calculado como SO_3; peso molecular = 80) del 0,1 al 7,7 % en peso, y
- opcionalmente un contenido de unidades de óxido de etileno unidas dentro de cadenas de poliéter (calculado como C_2H_2O; peso molecular = 44) del 0 al 19,5 % en peso, en donde las cadenas de poliéter contienen un promedio estadístico de 5 a 55 unidades de óxido de etileno.

En una realización preferida de la presente invención, el poliisocianato dispersable en agua es un poliisocianato dispersable en agua basado en diisocianato de hexametileno. Más específicamente, el poliisocianato modificado aniónicamente puede seleccionarse de un diisocianato de hexametileno modificado aniónicamente, un isocianurato modificado aniónicamente de diisocianato de hexametileno y mezclas de los mismos.

En una realización particularmente preferida, el poliisocianato modificado aniónicamente está de acuerdo con la fórmula (1).



Fórmula (1)

La fórmula (1) muestra un poliisocianato modificado aniónicamente disponible comercialmente, que es un isocianurato modificado de diisocianato de hexametileno, vendido por Covestro con la marca comercial Bayhydur XP2547.

La relación en peso entre restos de la resina de poliurea, que se derivan del poliisocianato dispersable en agua, y el núcleo puede estar entre 0,001 y 0,2, preferiblemente entre 0,005 y 0,1, más preferiblemente entre 0,01 y 0,05.

La amina polifuncional que no es quitosano se selecciona preferiblemente de diaminas, triaminas, tetraminas y aminas polifuncionales de orden superior, aminoalcoholes, melaminas, urea, hidrazinas, poliaminas poliméricas y mezclas de los mismos.

Diaminas adecuadas son, por ejemplo, 1,2-etilendiamina, 1,3-propilendiamina, 1,4-diaminobutano, 1,5-diaminopentano, 1,6-diaminohexano, 1,3-diamino-1-metilpropano, 1,4-diaminociclohexano, piperazina o mezclas de los mismos.

Aminoalcoholes adecuados son, por ejemplo, 2-aminoetanol, 2-(N-metilamino)etanol, 3-aminopropanol, 4-aminobutanol, 1-etilaminobutan-2-ol, 2-amino-2-metil-1-propanol, 4-metil-4-aminopentan-2-ol o mezclas de los mismos.

Poliaminas poliméricas adecuadas son en principio polímeros lineales o ramificados que tienen al menos dos grupos amino primarios o secundarios. Adicionalmente, estos polímeros pueden tener grupos amino terciarios en la cadena de polímero.

Las poliaminas poliméricas se seleccionan preferiblemente de polialquilenaminas, polivinilaminas, polieteraminas y mezclas de las mismas. Más preferiblemente, las poliaminas poliméricas se seleccionan de poli(alquileniminas), en particular poli(etileniminas).

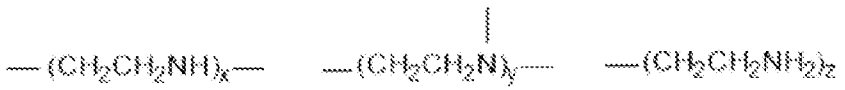
Se prefieren poliaminas poliméricas con un peso molecular promedio en peso de al menos 300 g/mol. Se prefieren más poliaminas poliméricas que tienen un peso molecular promedio en peso de 500 a 2.000.000 g/mol, en particular de 700 a 1.000.000 g/mol, incluso más particularmente de 800 a 500.000 g/mol.

En una realización preferida, la amina polifuncional que no es quitosano es una poli(etilenimina).

Las poli(etileniminas) pueden ser poli(etileniminas) de cadena corta con la fórmula general $H_2N(CH_2CH_2NH)_nH$, en donde n es un número entero > 1 (n = 2: dietilentriamina; n = 3: trietilentetramina; n = 4: tetraetilenpentamina). Estas se denominan a veces poli(etilenaminas) o poli(alquilenpoliaminas). Las poli(etileniminas) también pueden ser poli(etileniminas) de cadena larga.

Según la presente invención, se usan preferiblemente poli(etileniminas) con un peso molecular de al menos 500 g/mol, preferiblemente de 600 a 30.000 o de 650 a 25.000 g/mol y en particular de 700 a 10.000 g/mol o de 850 a 5.000 g/mol.

La amina polifuncional puede ser una poli(etilenimina) que contiene las siguientes unidades repetidas



en donde

- x es de 8 a 1.500, preferiblemente de 10 a 1.000;
- y es de 0 a 10, preferiblemente de 0 a 5, especialmente 0;
- z es 2 + y.

Con estas poli(etileniminas) pudieron conseguirse buenos resultados, en particular con respecto a la fuga en medios extractivos.

Poli(etileniminas) preferidas son poli(etileniminas) lineales, en donde x es de 8 a 1500, y es 0 y z es 2.

BASF SE vende poli(etileniminas) comercialmente disponibles preferidas con la marca comercial Lupasol, particularmente Lupasol G100.

La relación en peso entre restos de la resina de poliurea, que se derivan de la amina polifuncional, y el núcleo, puede estar entre 0,01 y 0,1, preferiblemente entre 0,015 y 0,05, más preferiblemente entre 0,018 y 0,025.

En una realización preferida de la presente invención, la cubierta comprende adicionalmente un polímero catiónico. Por un lado, se sabe que los polímeros catiónicos mejoran la resistencia a la deposición y el aclarado de microcápsulas sobre diversos sustratos, tales como tejidos, piel y cabello. Por otra parte, el polímero catiónico puede actuar también como coadyuvante de dispersión.

El polímero catiónico puede ser un polímero anfolítico. En el contexto de la presente invención, un "polímero anfolítico" se entiende como un polímero que comprende tanto grupos catiónicos como aniónicos, o que comprende grupos ionizables correspondientes. El polímero anfolítico catiónico comprende más grupos catiónicos que grupos aniónicos o grupos que pueden formar aniones, y como tales, tiene una carga positiva neta.

El polímero anfolítico puede comprender del 1 al 99 % en moles de grupos catiónicos y del 1 al 99 % en moles de grupos aniónicos o grupos que pueden formar un anión. En una realización preferida de la presente invención, el polímero anfolítico comprende del 2 al 99 % en moles, en particular del 30 al 95 % en moles y más particularmente del 60 al 90 % en moles, de grupos catiónicos y del 1 al 98 % en moles, en particular del 5 al 70 % en moles, y más particularmente del 10 al 40 % en moles de grupos aniónicos o grupos que pueden formar un anión.

Los grupos catiónicos en el polímero catiónico pueden ser independientes del pH. Los grupos catiónicos en el polímero catiónico pueden ser grupos amonio cuaternario.

El polímero catiónico puede derivarse de al menos un monómero que lleva funcionalidad amonio cuaternario. En particular, el monómero catiónico puede seleccionarse del grupo que consiste en acrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado (ADAME), metacrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado (MADAME), cloruro de dimetildialilamonio (DADMAC), cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC) y cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC).

Cuando el polímero catiónico comprende grupos aniónicos o grupos que pueden formar aniones, puede derivarse adicionalmente de un monómero seleccionado del grupo que consiste en monómeros de base acrílica, incluido ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotónico, ácido maleico, ácido fumárico y monómeros de ácido fuerte, por ejemplo monómeros con una función de tipo ácido sulfónico o fosfónico tales como ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido vinilfosfónico, ácido alilsulfónico, ácido alilfosfónico, ácido estirenosulfónico. El monómero de base acrílica también puede ser cualquier sal soluble en agua de estos monómeros, en donde la sal es una sal de un metal alcalino, un metal alcalinotérreo o un amonio. El monómero de base acrílica más preferido es ácido acrílico, ácido metacrílico, o una sal soluble en agua de los mismos.

El polímero catiónico puede derivarse adicionalmente además de un monómero no iónico seleccionado del grupo que consiste en monómeros vinílicos solubles en agua, más particularmente acrilamida, metacrilamida, N-isopropilacrilamida, N,N-dimetilacrilamida, N-metilolacrilamida, N-vinilformamida, N-vinilacetamida, N-vinilpiridina y/o N-vinilpirrolidona.

El polímero catiónico puede ser un copolímero anfolítico derivado de un monómero catiónico o un monómero que puede formar cationes, en particular que contiene al menos un grupo amonio cuaternario, un monómero aniónico o un monómero que puede formar aniones, en particular a base de ácido acrílico, ácido metacrílico o un derivado de los mismos, y opcionalmente un monómero no iónico. Tales polímeros ofrecen una combinación óptima de ser compatibles con la cubierta, tener buena eficiencia de dispersión, buenas propiedades de flujo y excelente afinidad con los diversos sustratos mencionados anteriormente en el presente documento.

En una realización más particular, el copolímero anfolítico es un copolímero de ácido acrílico o ácido metacrílico, y cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC) o cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC), como se describe, por ejemplo, en los documentos WO 2016/207180 A1 o WO 2016/207187 A1.

En una realización aún más particular, el copolímero anfolítico es un terpolímero formado a partir de monómero de ácido acrílico, monómero de MAPTAC y monómero de acrilamida.

En una realización más preferida, el copolímero de ácido acrílico/MAPTAC, y más particularmente el terpolímero, se forma haciendo reaccionar de 1 a 2 equivalentes molares de monómero de ácido acrílico con 4 equivalentes molares del monómero de MAPTAC, más particularmente de 1 equivalente molar de monómero de ácido acrílico a 4 equivalentes molares de monómero de MAPTAC (por ejemplo, Floset CAPS 371L), y aún más particularmente 1,6 equivalentes molares de monómero de ácido acrílico a 4 equivalentes molares de monómero de MAPTAC.

Aunque, en el contexto de la presente invención, Floset CAPS 371L es un polímero catiónico preferido, también puede reemplazarse por cualquier otro copolímero de ácido acrílico/MAPTAC descrito en el párrafo anterior. Otros polímeros catiónicos preferidos basados en MAPTAC/acrilamida es Salcare SC60, comercializado por BASF. En una realización de la invención, el copolímero tiene un peso molecular de al menos 100.000 g/mol, y más particularmente al menos 500.000 g/mol.

Los polímeros con menor peso molecular no proporcionan el rendimiento deseado, mientras que los polímeros que tienen mayor peso molecular aumentan la viscosidad de las dispersiones tanto de emulsión como de microcápsulas en un grado demasiado grande.

La relación en peso del polímero anfolítico con respecto al núcleo puede estar entre 0,04 y 0,20, preferiblemente entre 0,07 y 0,15, más preferiblemente entre 0,8 y 0,12.

El polímero anfolítico puede prepararse usando técnicas de polimerización que conoce bien un experto en la técnica. Estas técnicas de polimerización conocidas incluyen polimerización en solución, polimerización en gel, polimerización por precipitación, polimerización en emulsión inversa, polimerización en emulsión acuosa, polimerización en suspensión y polimerización micelar.

Preferiblemente, la relación en peso entre el quitosano y/o los restos de la resina de poliurea, que se derivan del quitosano, y el núcleo está entre 0,002 y 0,01, preferiblemente entre 0,004 y 0,008, más preferiblemente entre 0,006 y 0,007. El nivel de quitosano está limitado por su solubilidad en las condiciones que prevalecen durante la microencapsulación. Si el nivel de quitosano es demasiado alto, entonces parte de este polímero precipitará en la suspensión de microcápsulas. Por el contrario, si el nivel de quitosano es demasiado bajo, entonces el beneficio deseado no existe.

El quitosano puede tener un peso molecular promedio de 5.000 a 1.000.000 g/mol, preferiblemente de 7.500 a 500.000 g/mol, aún más preferiblemente de 10.000 a 250.000 g/mol. Si el peso molecular del quitosano es demasiado alto, la microcápsula puede aglomerarse. Si el peso molecular del quitosano es demasiado bajo, la deposición y adhesión de las microcápsulas sobre ambas superficies queratinosas puede ser insuficiente.

El quitosano puede tener un grado de desacetilación promedio superior al 60 %, preferiblemente superior al 70 %, más preferiblemente superior al 80 %. El quitosano con tales grados de desacetilación altos es más soluble que el quitosano que tiene grados de acetilación más bajos y, por lo tanto, más adecuado para el fin de la presente invención.

En el contexto de la presente invención, la fuente de quitosano puede seleccionarse de crustáceos (es decir, quitosano de gambas) u hongos (es decir, quitosano de setas). El uso de quitosano de setas tiene la ventaja de que pueden obtenerse microcápsulas que son completamente de origen no animal, o en otras palabras, vegano. Algunos consumidores tienden a favorecer materiales que son completamente de origen no animal.

El agente beneficioso puede seleccionarse del grupo que consiste en al menos un ingrediente de perfume y al menos un ingrediente cosmético.

El al menos un ingrediente de perfume puede seleccionarse del grupo que consiste en ADOXAL™ (2,6,10-trimetilundec-9-enal); AGRUMEX™ (acetato de 2-(terc-butil)ciclohexilo); ALDEHÍDO C10 DECÍLICO (decanal); ALDEHÍDO C11 MOA (2-metildecanal); ALDEHÍDO C11 UNDECILÉNICO (undec-10-enal); ALDEHÍDO C110 UNDECILICO (undecanal); ALDEHÍDO C12 LÁURICO (dodecanal); ALDEHÍDO C12 MNA PURE (2-metilundecanal); ALDEHÍDO ISO C11 ((E)-undec-9-enal); ALDEHÍDO MANDARINA 10%/TEC ((e)-dodec-2-enal); GLICOLATO DE ALILAMILO (2-(isopentiloxi)acetato de alilo); PROPIONATO DE ALILCICLOHEXILO (3-ciclohexilpropanoato de alilo); OENANTATO DE ALILO (heptanoato de alilo); AMBER CORE™ (1-((2-(terc-butil)ciclohexil)oxi)butan-2-ol); AMBERMAX™ (1,3,4,5,6,7-hexahidro-beta,1,1,5,5-pentametil-2H-2,4a-metanonaftal-eno-8-etanol); SALICILATO DE AMILO (2-hidroxibenzoato de pentilo); AFERMATO (formiato de 1-(3,3-dimetilciclohexil)etilo); BELAMBRE™ ((1R,2S,4R)-2'-isopropil-1,7,7-trimetilespiro[biciclo[2.2.1]heptano-2,4'-[1,3]dioxano]); BIGARYL (8-(sec-butil)-5,6,7,8-tetrahidroquinolina); BOISAMBRENE FORTE™ ((etoximetoxi)ciclododecano); BOISIRIS™ ((1S,2R,5R)-2-etoxi-2,6,6-trimetil-9-metilenbiciclo[3.3.1]nonano); ACETATO DE BORNILO (acetato de (2S,4S)-1,7,7-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ilo); BUTIROLACTATO DE BUTILO (butirato de 1-butoxi-1-oxopropan-2-ilo); ACETATO DE BUTILCICLOHEXILO PARA (acetato de 4-(terc-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-1H-inden-4(5H)-ona); CASSYRANE™ (5-terc-butil-2-metil-5-propil-2H-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 CITRONELILO (acetato de 3,7-dimetilocta-6-en-1-ilo); FORMIATO DE CITRONELILO (formiato de 3,7-dimetilocta-6-en-1-ilo); NITRILO DE CITRONELILO (3,7-dimetilocta-6-enonitrilo); PROPIONATO DE CITRONELILO (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-(ciclohexiloxi)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); DAMASCONA ALFA ((E)-1-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il)but-2-en-1-ona); DAMASCONA DELTA ((E)-1-(2,6,6-trimetilciclohex-3-en-1-il)but-2-en-1-ona); DECENAL-4-TRANS ((E)-dec-4-enal); DELPHONE (2-pentilciclopentanona); DIHIDROANETOL (éster 1-(1-(3,3-dimetilciclohexil)etil)-3-etílico del ácido propanodioico); DIHIDROJASMONA (3-metil-2-pentilciclopent-2-enona); DIMETIL BENCIL CARBINOL (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); DIMETILOCTENONA (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-((3aS,7aS)-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-5(6H)-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); ETIL-LINALOOL ((E)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ol); ACETATO DE ETIL-LINALILO (acetato de (Z)-3,7-dimetilnona-1,6-dien-3-ilo); OENANTOATO DE ETILO (heptanoato de etilo); SAFRANATO DE ETILO (2,6,6-trimetilciclohexa-1,3-dien-1-carboxilato de etilo); EUCALIPTOL ((1s,4s)-1,3,3-trimetil-2-oxabiciclo[2.2.2]octano); ACETATO DE FENQUILO (acetato de (2S)-1,3,3-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ilo); ALCOHOL FENQUÍLICO ((1S,2R,4R)-1,3,3-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ol); FIXOLIDE™ (1-(3,5,5,6,8,8-hexametil-5,6,7,8-tetrahidronaftalen-2-il)etanona); FLORICOZONE™ (3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal); FLORHYDRAL (3-(3-isopropilfenil)butanal); FLOROCYCLENE™ (propionato de (3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-ilo); FLOROPAL™ (2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano); FRESKOMENTHE™ (2-(sec-butil)ciclohexanona); FRUITATE (((3aS,4S,7R,7aS)-octahidro-1H-4,7-metanoindeno-3a-carboxilato de etilo); FRUTONILE (2-metildecanonitrilo); GALBANONE™ PURE (1-(3,3-dimetilciclohex-1-en-1-il)pent-4-en-1-ona); GARDOCYCLENE™ (isobutirato de (3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-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™ ((2S)-3-isopropilbiciclo[2.2.1]hept-5-eno-2-carboxilato de etilo); BUTIRATO DE HEXENIL-3-CIS (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™ (4,4a,5,9b-tetrahidroindeno[1,2-d][1,3]dioxina); IONONA BETA ((E)-4-(2,6,6-trimetilciclohex-1-en-1-il)but-3-en-2-ona); IRISONA ALFA ((E)-4-(2,6,6-trimetilciclohex-2-en-1-il)but-3-en-2-ona); IRONA ALFA ((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); ISOCICLOCITRAL (2,4,6-trimetilciclohex-3-enocarbaldehído); ACETATO DE ISONONILO (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); JASMACYCLENE™ (acetato de (3aR,6S,7aS)-3a,4,5,6,7,7a-hexahidro-1H-4,7-metanoinden-6-ilo); JASMONA CIS ((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-(terc-butil)fenil)-2-metilpropanal); LINALOOL (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); MANZANATO (2-metilpentanoato de etilo); MELONAL™ (2,6-dimetilhept-5-enal); MENTOL (2-isopropil-5-metilciclohexanol); MENTONA (2-isopropil-5-metilciclohexanona); METIL CEDRIL CETONA (1-((1S,8aS)-1,4,4,6-tetrametil-2,3,3a,4,5,8-hexahidro-1H-5,8a-metanoazulen-7-il)etanona); METIL NONIL CETONA EXTRA (undecan-2-ona); CARBONATO DE METILOCTINO (non-2-inoato de metilo); METHYL PAMPLOMOUSSE (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); NONADILO (6,8-dimetilnonan-2-ol); NONENAL-6-cis ((Z)-non-6-enal); NYMPHEAL™ (3-(4-isobutil-2-metilfenil)propanal); ORIVONE™ (4-(terc-pentil)ciclohexanona); PARADISAMIDE™ (2-etil-N-metil-N-(m-tolil)butanamida); PELARGENE (2-metil-4-metilen-6-feniltetrahidro-2H-pirano); PEONILE™ (2-ciclohexiliden-2-fenilacetonitrilo); PETALIA™ (2-ciclohexiliden-2-(o-tolil)acetonitrilo); PIVAROSE™ (2,2-dimetil-2-metiletilpropanoato); 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-etil-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); SYLKOLIDA™ (ciclopropanocarboxilato de ((E)-2-((3,5-dimetilhex-3-en-2-il)oxi)-2-metilpropil); TERPINENO GAMMA (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); TETRAHIDROLINALOOL (3,7-dimetiloctan-3-ol);

TETRAHIDROMIRCENOL (2,6-dimetiloctan-2-ol); TIBETOLIDA (oxaciclohexadecan-2-ona); TRIDECENO-2-NITRILO ((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.

Una lista exhaustiva de ingredientes de perfume que pueden encapsularse según la presente invención puede encontrarse en la bibliografía de perfumería, por ejemplo "Perfume & Flavor Chemicals", S. Arctander, Allured Publishing, 2000.

El al menos un agente beneficioso también puede ser un ingrediente cosmético. Preferiblemente, los ingredientes cosméticos tienen un coeficiente de reparto en octanol/agua calculado (ClogP) de 1,5 o más, más preferiblemente 3 o más. Alternativamente, se prefiere que el ClogP del ingrediente cosmético sea de 2 a 7.

Los ingredientes cosméticos particularmente útiles pueden seleccionarse del grupo que consiste en emolientes, sustancias activas suavizantes, sustancias activas hidratantes, sustancias activas calmantes y relajantes, sustancias activas decorativas, sustancias activas antienvejecimiento, sustancias activas drenantes, sustancias activas remodeladoras, sustancias activas igualadoras de la piel, conservantes, sustancias activas antioxidantes, sustancias activas antibacterianas o bacteriostáticas, sustancias activas limpiadoras, sustancias activas lubricantes, sustancias activas estructurantes, sustancias activas acondicionadoras del cabello, sustancias activas blanqueadoras, sustancias activas texturizantes, sustancias activas suavizantes, sustancias activas anticaspa y sustancias activas exfoliantes.

Los ingredientes cosméticos particularmente útiles incluyen, pero no se limitan a, polímeros hidrófobos, tales como alquildimetilsiloxanos, polimetilsilsesquioxanos, polietileno, poliisobutileno, copolímeros de bloques de estireno-etileno-estireno y estireno-butileno-estireno, aceites minerales, tales como isoparafinas hidrogenadas, aceites de silicona, aceites vegetales, tales como aceite de argán, aceite de jojoba, aceite de aloe vera, ácidos grasos y alcoholes grasos y sus ésteres, glicolípidos, fosfolípidos, esfingolípidos, tales como ceramidas, esteroles y esteroides, terpenos, sesquiterpenos, triterpenos y sus derivados, aceites esenciales, tales como aceite de árnica, aceite de artemisia, 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 jujube, aceite de *Helianthus*, aceite de jazmín, aceite de lavanda, aceite de semilla 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 artemisa, aceite de ylang ylang, aceite de yuca.

Las microcápsulas de núcleo-cubierta según la presente invención tienen generalmente un tamaño promedio en volumen (d50) de 1 a 100 µm, preferiblemente de 5 a 50 µm, incluso más preferiblemente de 10 a 20 µm. El tamaño promedio en volumen de las partículas dispersadas, tales como microcápsulas, puede obtenerse mediante mediciones de dispersión de luz según métodos conocidos por el experto en la técnica.

Un aspecto adicional de la presente invención se refiere a un método para preparar una composición encapsulada, en particular una composición encapsulada como se describió anteriormente en el presente documento. El método comprende las etapas de:

a) proporcionar una composición de núcleo que comprende al menos un isocianato trifuncional, opcionalmente un poliisocianato dispersable en agua, y al menos un agente beneficioso;

b) mezclar la composición de núcleo con agua y opcionalmente un copolímero catiónico;

c) emulsionar la mezcla obtenida en b) para obtener gotitas de composición de núcleo que tienen un tamaño promedio en volumen de 1 a 100 µm, preferiblemente de 5 a 50 µm, incluso más preferiblemente de 10 a 20 µm;

d) añadir al menos una amina polifuncional que no es quitosano, preferiblemente manteniendo la mezcla obtenida en c) en agitación;

e) calentar progresivamente la mezcla obtenida en d) a una temperatura de 60 a 95 °C, preferiblemente de 80 a 90 °C, preferiblemente durante un periodo de tiempo de 2 horas a 4 horas, por ejemplo 3 ± 0,5 horas;

f) añadir quitosano a la mezcla obtenida en la etapa e), y preferiblemente manteniendo la mezcla a la temperatura aplicada en la etapa e), en particular durante un periodo de tiempo de 1 a 5 horas, por ejemplo 2 ± 0,5 horas o 4,5 ± 0,5 horas;

g) dejar enfriar la mezcla obtenida en f) a temperatura ambiente, para obtener una suspensión de microcápsulas.

El peso del isocianato trifuncional usado en la etapa a) en relación con el peso de la composición de núcleo proporcionada en la etapa a) está entre el 8 y el 20 % en peso, preferiblemente entre el 9 y el 16 % en peso, más preferiblemente entre el 10 y el 12 % en peso.

Las emulsiones de aceite en agua tienen la ventaja de proporcionar una pluralidad de gotitas que pueden usarse como plantilla para la formación de la cubierta, en donde la cubierta se construye alrededor de cada una de estas gotitas. Adicionalmente, la distribución del tamaño de las gotitas puede controlarse en las emulsiones controlando las condiciones de las emulsificaciones, tales como la velocidad de agitación y la geometría del agitador. Como resultado,

se obtiene una pluralidad de microcápsulas con tamaño promedio y distribución de tamaño controlados, en donde la fase oleosa se encapsula y forma de ese modo el núcleo de las microcápsulas. En una realización particular de la presente invención, la mezcla formada en la etapa b) se deja reposar sin agitación hasta que se separan la composición de núcleo y la fase acuosa.

El peso del poliisocianato dispersable en agua usado opcionalmente en la etapa a) en relación con el peso de la composición de núcleo proporcionada en la etapa a) puede estar entre el 0,1 y el 20 % en peso, preferiblemente entre el 0,5 y el 10 % en peso, más preferiblemente entre el 1 y el 5 % en peso. El peso de la al menos una amina polifuncional que no es quitosano usada en la etapa d) en relación con el peso de la mezcla obtenida en la etapa f) puede estar entre el 0,1 y el 2 % en peso, preferiblemente entre el 0,25 y el 1 % en peso, más preferiblemente entre el 0,4 y el 0,8 % en peso.

El peso del copolímero catiónico opcionalmente usado en la etapa b) en relación con el peso de la mezcla obtenida en la etapa f) puede estar entre el 2 y el 10 % en peso, preferiblemente entre el 2,5 y el 7,5 % en peso, más preferiblemente entre el 3 y el 5 % en peso.

El peso del quitosano usado en la etapa f) en relación con el peso de la mezcla obtenida en la etapa f) puede estar entre el 0,06 y el 0,3 % en peso, preferiblemente entre el 0,12 y el 0,24 % en peso, más preferiblemente entre el 0,18 y el 0,21 % en peso.

La velocidad de agitación y la geometría del mezclador apropiadas pueden seleccionarse para obtener el tamaño de gotita promedio y la distribución de tamaño de gotita deseados. En un método según la presente invención, puede usarse un recipiente de un litro equipado con una turbina, o un agitador de haz cruzado con haz inclinado, tal como un agitador Mig, y que tiene un diámetro de agitador a diámetro de reactor de 0,6 a 0,8. Las microcápsulas pueden formarse en un reactor de este tipo teniendo un tamaño promedio en volumen (d50) de 30 micrómetros o menos, más particularmente 20 micrómetros o menos, a una velocidad de agitación de aproximadamente 100 a aproximadamente 1200 rpm, más particularmente de aproximadamente 600 a 1000 rpm. Preferiblemente, se usa un agitador Mig que funciona a una velocidad de 850 +/- 50 rpm. Sin embargo, el experto en la técnica comprenderá fácilmente que tales condiciones de agitación pueden cambiar dependiendo del tamaño del reactor y del tamaño del lote, de la geometría exacta del agitador, de la relación del diámetro del agitador al diámetro de las relaciones del diámetro del reactor. Por ejemplo, para un agitador Mig con una relación de diámetro de agitador a reactor de 0,5 a 0,9 y volúmenes de suspensión 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.

Después de la formación de las microcápsulas, la composición encapsulada se deja enfriar habitualmente hasta temperatura ambiente (véase la etapa g anterior)). Antes, durante o después del enfriamiento, la composición encapsulada puede procesarse adicionalmente. El procesamiento adicional puede incluir el tratamiento de la composición con conservantes antimicrobianos, conservantes que se conocen bien en la técnica. El procesamiento adicional también puede incluir la adición de un coadyuvante de suspensión, tal como un coadyuvante de suspensión hidrocoloide para ayudar en la dispersión física estable de las microcápsulas y evitar cualquier formación de crema o coalescencia. Un coadyuvante de suspensión preferido es hidroxietilcelulosa, por ejemplo Natrosol 250HX (de Ashland). También puede añadirse cualquier adyuvante adicional convencional en la técnica durante el procesamiento adicional.

Un aspecto adicional de la presente invención se refiere a una composición encapsulada obtenible mediante el método descrito anteriormente en el presente documento.

Otro aspecto más de la presente invención se refiere a un uso de una composición encapsulada como se describió anteriormente en el presente documento para mejorar el rendimiento de un agente beneficioso en un producto de consumo.

La presente invención también se refiere a un producto de consumo que comprende una composición encapsulada como se describió anteriormente en el presente documento. El producto de consumo es preferiblemente un producto para el cuidado del cabello, en particular seleccionado del grupo que consiste en un champú y un acondicionador del cabello. Pero, por otro lado, el producto de consumo también puede ser otro tipo de producto de cuidado personal, tal como un jabón, un jabón corporal, un gel de ducha o un producto de cuidado de la piel.

Como se usa en el presente documento, un "producto de consumo" significa un artículo destinado a usarse o consumirse en la forma en que se vende, y no destinado a la posterior fabricación o modificación comercial.

Las composiciones encapsuladas según la presente invención son particularmente útiles cuando se emplean como vehículos de suministro de perfume en productos de consumo que requieren, para suministrar beneficios de perfumería óptimos, que las microcápsulas se adhieran bien a un sustrato sobre el que se aplican. Tales productos de consumo incluyen especialmente champús y acondicionadores para el cabello, pero también productos para el tratamiento de textiles, tales como agentes de lavado y de tratamiento.

Un producto de consumo según la presente invención puede comprender del 0,01 al 5 % en peso, preferiblemente del 0,05 al 2,5 % en peso, más preferiblemente del 0,1 al 1 % en peso de microcápsulas como se describió anteriormente en el presente documento, referido al peso total del producto de consumo.

Un producto de consumo según la presente invención puede comprender del 0,00001 al 0,005 % en peso, más particularmente del 0,00005 al 0,001 % en peso, aún más particularmente del 0,00008 al 0,0005 % en peso de quitosano libre, referido al peso total del producto de consumo.

La presente divulgación también se refiere a un método para mejorar el rendimiento de un agente beneficioso en un producto de consumo añadiendo una composición encapsulada según la presente invención.

Características particulares y ventajas adicionales de la presente invención se hacen evidentes a partir de los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1 - Preparación de microcápsulas de poliurea según la presente invención

En el ejemplo 1.1, las microcápsulas se han obtenido realizando las etapas de:

- preparar una composición de núcleo mezclando 1 g de Bayhydur XP 2547 (de Covestro), 4 g de Takenate D110N (de Mitsui) y 30 g de composición de perfume (de Givaudan) en un reactor equipado con un agitador;
- agitar la composición de núcleo durante 10 minutos a 600 rpm;
- añadir 40 g de agua a la composición de núcleo y después añadir 3 g de copolímero de poli(cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio-co-ácido acrílico) que tiene un 71 % en moles de cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio y un 29 % en moles de ácido acrílico, preparado según el documento WO 2016/207187 A1 (ejemplo 1);
- agitar la mezcla obtenida a 1100 rpm durante 30 minutos para obtener una emulsión con un tamaño de gotita de la composición del núcleo promedio en volumen (d50) de 10 ± 2 µm;
- añadir 0,6 g de Lupasol G100 (de BASF);
- calentar la mezcla a una velocidad de 0,3 °C/min;
- después de 120 minutos, añadir una mezcla de 0,2 g de quitosano con un peso molecular promedio de 200.000 g/mol (de gambas, de Acros), 0,4 g de ácido acético al 30 % en volumen en agua y 10 g de agua;
- una vez alcanzada la temperatura de 85 °C, mantener la mezcla durante 120 minutos adicionales a esta temperatura;
- añadir 4 g de una solución de amoníaco al 20 % en agua y mantener la mezcla durante 35 minutos adicionales;
- dejar enfriar la mezcla resultante a 25 °C en 60 minutos, para obtener una suspensión de microcápsulas.

El contenido de sólidos de la suspensión se midió usando una termobalanza que funciona a 120 °C. El contenido de sólidos, expresado como porcentaje en peso de la suspensión inicial depositada en la balanza, se tomó en el punto donde la tasa de cambio de peso inducido por el secado había caído por debajo del 0,1 %/min. La relación del contenido de sólidos medido al contenido de sólidos teórico calculado basándose en el peso de perfume y los materiales de encapsulación implicados se toma como una medición del rendimiento de encapsulación, expresado en % en peso.

El contenido de sólidos de la suspensión obtenida fue del 37 % en peso, el tamaño promedio en volumen (d50) de las cápsulas fue de 10 ± 1 µm y la eficacia de encapsulación fue del 100 %.

En el ejemplo 1.1, el peso del isocianato trifuncional usado en relación con el peso de la composición de núcleo proporcionada fue del 11 % en peso (relación en peso de isocianato trifuncional a perfume: 0,13).

En el ejemplo 1.2, las microcápsulas se han obtenido usando el mismo procedimiento que en el ejemplo 1.1, pero el peso del isocianato trifuncional usado en relación con el peso de la composición de núcleo proporcionada fue del 14 % en peso (relación en peso de isocianato trifuncional a perfume: 0,17).

En el ejemplo 1.3, las microcápsulas se han obtenido usando el mismo procedimiento que en el ejemplo 1.1, pero el peso del isocianato trifuncional usado en relación con el peso de la composición de núcleo proporcionada fue del 19 % en peso (relación en peso de isocianato trifuncional a perfume: 0,25).

En el ejemplo 1.4, las microcápsulas se han obtenido usando el mismo procedimiento que en el ejemplo 1.1, pero con quitosano de setas que tiene un peso molecular de 85.000 g/mol (de Kionutrime).

En el ejemplo 1.5, las microcápsulas se han obtenido usando el mismo procedimiento que en el ejemplo 1.1, pero con quitosano de setas que tiene un peso molecular de 15.000 g/mol (de Kionutrime).

Tabla 1: Variaciones de los tipos de poliisocianato y quitosano

	Relación en peso de isocianato trifuncional (Takenate D110N) a perfume	Tipo de quitosano
Ejemplo 1.1	0,13	Gambas (200.000 g/mol)
Ejemplo 1.2	0,17	Gambas (200.000 g/mol)
Ejemplo 1.3	0,25	Gambas (200.000 g/mol)
Ejemplo 1.4	0,13	Setas (85.000 g/mol)
Ejemplo 1.5	0,13	Setas (15.000 g/mol)

Ejemplo 2 - Ejemplos comparativos

Se ha obtenido una serie de microcápsulas realizando el procedimiento descrito en el ejemplo 1.1, en donde la relación en peso de Takenate D110N a aceite de perfume y la relación en peso de quitosano a aceite de perfume se han variado según la tabla 2.

En los ejemplos 2.1 y 2.2, el Takenate D110N se reemplazó por Desmodur W (metilenbis(4-ciclohexilisocianato)).

Tabla 2: Variaciones de las cantidades de poliisocianato y quitosano

	Relación en peso de isocianato trifuncional (Takenate D110N) a perfume	Relación en peso de isocianato trifuncional (Desmodur W) a perfume	Relación de quitosano a perfume
Ejemplo 2.1	0	0,13	0
Ejemplo 2.2	0	0,13	0,0067
Ejemplo 2.3	0,08	0	0
Ejemplo 2.4	0,08	0	0,0067
Ejemplo 2.5	0,13	0	0

Las muestras de referencia 2.1 y 2.2 no fueron estables durante el almacenamiento, con una fuga de perfume del 100 % en la base de champú.

Ejemplo 3 - Comparación del rendimiento olfativo

El rendimiento olfativo de las microcápsulas se evaluó por un panel de cuatro expertos que valoraron la intensidad del olor en una escala de 1-5 (1 = apenas apreciable, 2 = débil, 3 = medio, 4 = fuerte y 5 = muy fuerte).

Las muestras se evaluaron en champú no perfumado y en acondicionador para el cuidado del cabello no perfumado. Las suspensiones mencionadas anteriormente se añadieron a estas bases con agitación suave con un mezclador de paletas, de modo que el nivel de suspensión fue del 0,6 % en peso, referido al peso total de cada base.

En el caso de los champús, se aplicó un 20 % en peso de champú, basado en el peso total de muestras de cabello, sobre las muestras que se humidificaron previamente con el mismo peso de agua. El peso seco de cada muestra fue de aproximadamente 12 g.

En el caso de acondicionadores del cabello, las muestras se lavaron previamente con un champú no perfumado y se enjuagaron con agua. Después, se aplicó un 10 % en peso de acondicionador, basado en el peso total de las muestras, justo después del lavado con el champú.

Tanto para los champús como para los acondicionadores del cabello, las muestras se sometieron a un masaje de 20 segundos y después se enjuagaron 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. Para esta evaluación, las muestras se manipularon cuidadosamente con el fin de minimizar el riesgo de romper las microcápsulas mecánicamente. La evaluación olfativa previa al frotamiento y

posterior al frotamiento se realizó después de secar las muestras durante 24 h a temperatura ambiente (secado con aire frío). Esta evaluación se realizó peinando suavemente una parte de cada muestra 5 veces.

Para la evaluación que implica secador de cabello (secado del cabello en caliente), las muestras de cabello se dejaron en aire durante 15 minutos. A continuación, se colocó un secador de cabello estándar que funcionaba a una temperatura interna de 180 °C y que proporcionaba un caudal volumétrico de aire de 0,016 m^3/s a 5 cm de distancia de la muestra de cabello y se aplicó el flujo de aire durante 5 minutos mientras se movía el flujo de aire hacia arriba y hacia abajo de la muestra durante estos 5 minutos. La temperatura en el cabello fue de aproximadamente 40-45 °C.

Los resultados se muestran en la tabla 3 y la tabla 4.

Tabla 3: Rendimiento olfativo en muestra de cabello - caso de champú

	Impacto del perfume sobre cabello cepillado seco, después de secar en caliente con secador de cabello	
	Muestra reciente	Muestra envejecida durante 2 semanas a 37 °C
Microcápsulas de referencia con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,08; sin quitosano (ejemplo 2.3)	1,5	n.d.
Microcápsulas de referencia con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; sin quitosano (ejemplo 2.5)	1,3	n.d.
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; quitosano de gambas 200.000 g/mol (ejemplo 1.1)	2,5	n.d.
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; quitosano de setas 85.000 g/mol (ejemplo 1.4)	2,5	2,2
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; quitosano de setas 15.000 g/mol (ejemplo 1.5)	2,5	2,3

Tabla 4: Rendimiento olfativo en muestra de cabello de microcápsulas recién preparadas y envejecidas - caso de acondicionador del cabello

	Impacto del perfume sobre cabello cepillado seco, después de secar con secador de cabello	
	Muestra reciente	Muestra envejecida durante 2 semanas a 37 °C
Microcápsulas de referencia con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,08; sin quitosano (ejemplo 2.3)	1,7	n.d.
Microcápsulas de referencia con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; sin quitosano (ejemplo 2,5)	1,3	n.d.
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,08; quitosano de gambas 200.000 g/mol (ejemplo 2.4)	1,3	n.d.
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; quitosano de gambas 200.000 g/mol (ejemplo 1.1)	2,9	n.d.
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,17; quitosano (ejemplo 1.2)	2,5	2,0
Microcápsulas con una relación de Takenate D110N a perfume de 0,13; quitosano de setas 85.000 g/mol (ejemplo 1.4)	2,0	1,9

Estos resultados demuestran el impacto positivo de combinar Takenate D110N con quitosano en la retención del rendimiento de las microcápsulas después del secado del cabello con un secador de cabello, incluso después del almacenamiento en bases de champú y acondicionador.

REIVINDICACIONES

1. Una composición encapsulada que comprende al menos una microcápsula de núcleo-cubierta, en donde la al menos una microcápsula de núcleo-cubierta comprende un núcleo que comprende al menos un agente beneficioso y una cubierta que rodea el núcleo, en donde la cubierta comprende una resina de poliurea formada por reacción de al menos un isocianato trifuncional con al menos una amina polifuncional que no es quitosano, en donde el al menos un isocianato trifuncional es un aducto de un triol alifático con al menos un diisocianato aralifático, en donde la relación en peso entre restos de la resina de poliurea, que se derivan del isocianato trifuncional, y el núcleo está entre 0,09 y 0,30, preferiblemente entre 0,10 y 0,20, más preferiblemente entre 0,11 y 0,18, y en donde la cubierta comprende adicionalmente quitosano.

2. La composición según la reivindicación 1, en donde

a) el triol alifático se selecciona del grupo que consiste en 2-etilpropano-1,2,3-triol y 2-etil-2-(hidroximetil)propano-1,3-diol, preferiblemente 2-etilpropano-1,2,3-triol; y/o

b) el al menos un diisocianato aralifático se selecciona del grupo que consiste en 1,2-bis(isocianatometil)benceno, 1,3-bis(isocianatometil)benceno, 1,4-bis(isocianatometil)benceno, 1-isocianato-2-(isocianatometil)benceno, 1-isocianato-3-(isocianatometil)benceno y 1-isocianato-4-(isocianatometil)benceno.

3. La composición según la reivindicación 1, en donde el al menos un isocianato trifuncional es un aducto de 2-etilpropano-1,2,3-triol y 1,3-bis(isocianatometil)benceno.

4. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el quitosano se deposita sobre una superficie exterior de la cubierta que rodea el núcleo y/o el quitosano está atrapado en la cubierta que rodea el núcleo, opcionalmente en donde la composición comprende adicionalmente quitosano libre.

5. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la resina de poliurea se forma mediante reacción del al menos un isocianato trifuncional, la al menos una amina polifuncional que no es quitosano y con el quitosano.

6. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la resina de poliurea se forma mediante reacción del al menos un isocianato trifuncional y un poliisocianato dispersable en agua, la al menos una amina polifuncional que no es quitosano, y opcionalmente con el quitosano.

7. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 6, en donde

a) el poliisocianato dispersable en agua es un poliisocianato dispersable en agua basado en diisocianato de hexametileno; y/o

b) la amina polifuncional que no es quitosano es una poli(etilenimina).

8. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la cubierta comprende además un polímero catiónico.

9. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la relación en peso entre el quitosano y/o los restos de la resina de poliurea, que se derivan del quitosano, y el núcleo está entre 0,002 y 0,01, preferiblemente entre 0,004 y 0,008, más preferiblemente entre 0,006 y 0,007.

10. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el quitosano tiene

a) un peso molecular promedio de 5.000 a 1.000.000 g/mol, preferiblemente de 7.500 a 500.000 g/mol, aún más preferiblemente de 10.000 a 250.000 g/mol; y/o

b) un grado de desacetilación promedio superior al 60 %, más particularmente superior al 70 %, todavía más particularmente superior al 80 %.

11. La composición según una de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el agente beneficioso se selecciona del grupo que consiste en al menos un ingrediente de perfume y al menos un ingrediente cosmético.

12. Un método para preparar una composición encapsulada según una de las reivindicaciones 1 a 11, comprendiendo el método las etapas de:

a) proporcionar una composición de núcleo que comprende al menos un isocianato trifuncional, opcionalmente un poliisocianato dispersable en agua, y al menos un agente beneficioso;

b) mezclar la composición de núcleo con agua y opcionalmente un copolímero catiónico;

c) emulsionar la mezcla obtenida en b) para obtener gotitas de composición de núcleo que tienen un tamaño promedio en volumen de 1 a 100 µm, preferiblemente de 5 a 50 µm, incluso más preferiblemente de 10 a 20 µm, medido por dispersión de luz;

d) añadir al menos una amina polifuncional que no es quitosano, preferiblemente manteniendo la mezcla obtenida en c) en agitación;

e) calentar progresivamente la mezcla obtenida en d) a una temperatura de 60 a 95 °C, preferiblemente de 80 a 90 °C, preferiblemente durante un periodo de tiempo de 2 horas a 4 horas, por ejemplo 3 ± 0,5 horas;

f) añadir quitosano a la mezcla obtenida en la etapa e), y preferiblemente manteniendo la mezcla a la temperatura aplicada en la etapa e), en particular durante un periodo de tiempo de 1 a 5 horas, por ejemplo 2 ± 0,5 horas o 4,5 ± 0,5 horas;

g) dejar enfriar la mezcla obtenida en f) hasta temperatura ambiente, para obtener una suspensión de microcápsulas.

13. El método según la reivindicación 12, en donde la mezcla formada en la etapa b) se deja reposar sin agitación hasta que se separan la composición de núcleo y la fase acuosa.

14. Uso de una composición encapsulada según una de las reivindicaciones 1 a 11 para mejorar el rendimiento de un agente beneficioso en un producto de consumo.

15. Un producto de consumo que comprende una composición encapsulada según una de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el producto de consumo es preferiblemente un producto para el cuidado del cabello, en particular seleccionado del grupo que consiste en un champú y un acondicionador del cabello.