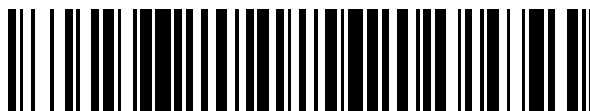


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 202**

51 Int. Cl.:

B01J 13/16 (2006.01)

B01J 13/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.06.2009 PCT/IB2009/052414**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.12.2009 WO09153695**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2009 E 09766232 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.03.2017 EP 2300146**

54 Título: **Procedimiento de preparación de microcápsulas de poliurea**

30 Prioridad:

16.06.2008 WO PCT/IB2008/052368

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

02.08.2017

73 Titular/es:

**FIRMENICH S.A. (100.0%)
1, route des Jeunes P.O. Box 239
1211 Geneva 8, CH**

72 Inventor/es:

**OUALI, LAHOSSINE;
STRUILLOU, ARNAUD;
RASSAT, ESTELLE;
JACQUEMOND, MARLÈNE;
GRÄTHER, OTTO y
BELLOUARD DREVET, CLAUDIE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 628 202 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

Procedimiento de preparación de microcápsulas de poliurea

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir microcápsulas que contienen perfume con una pared de poliurea que se pueda usar en productos del hogar o de cuidado personal, así como a las microcápsulas en sí mismas y productos para el consumidor que comprenden esas microcápsulas.

El procedimiento de la invención usa un estabilizador coloidal particular en forma de solución acuosa que comprende proporciones definidas de polímeros particulares.

Antecedentes de la invención y problema a resolver

10 Uno de los problemas enfrentados por la industria de la perfumería radica en la pérdida relativamente rápida del beneficio olfativo proporcionado por los compuestos odoríferos debidos a su volatilidad, particularmente aquellas de las "notas superiores". Este problema se resuelve generalmente utilizando un sistema de suministro, por ejemplo, cápsulas que contienen un perfume, para liberar la fragancia de manera controlada.

15 Las cápsulas de poliurea, formadas por polimerización entre un poliisocianato y un poliamina, son bien conocidas en la técnica. Sin embargo, dichos sistemas de suministro pueden verse afectados por problemas de estabilidad, en particular cuando se incorporan en productos basados en tensioactivos tales como detergentes, que son fuertemente agresivos para esos sistemas de suministro.

20 Es especialmente difícil tener una buena estabilidad y una buena dispersión de las cápsulas al mismo tiempo. La eficiencia de las cápsulas, así como su capacidad de retención de perfume, dependen en particular de la estabilidad de las cápsulas en la base del producto. Por otro lado, su dispersión es muy importante porque la agregación de cápsulas incrementa la tendencia del producto que contiene cápsulas a separar fases, lo que es una desventaja importante.

25 Otro problema importante enfrentado por la industria de la perfumería es proporcionar sistemas de suministro que se depositen correctamente en el sustrato para el tratamiento para el que se pretenden usar, tales como superficies textiles, de piel, pelo u otras superficies. Para abordar este problema se ha propuesto el uso de cápsulas catiónicas en la técnica anterior. Las cápsulas catiónicas son también conocidas por dispersarse mejor en diferentes aplicaciones.

30 Por ejemplo, en el documento WO 01/41915 se desvela un procedimiento para la preparación de cápsulas que llevan cargas catiónicas. Dicho procedimiento es aplicable supuestamente a una gran variedad de microcápsulas, en particular se mencionan microcápsulas de poliuretano-poliurea. Tras su formación, las cápsulas se ubican en un medio que es favorable para el tratamiento con polímeros catiónicos. El tratamiento con polímeros catiónicos se lleva a cabo tras purificación de la suspensión de la cápsula básica, para eliminar polímeros aniónicos o neutros que no se incorporaron en la pared de la cápsula durante la formación de la misma, y otros compuestos libres cargados eléctricamente implicados en el procedimiento de encapsulamiento. En particular, las cápsulas se diluyen, se aíslan y después se resuspenden en agua, o incluso se lavan para eliminar, además, compuestos aniónicos. Tras la etapa de purificación, las cápsulas se agitan vigorosamente y se añaden los polímeros catiónicos. Se citan con este fin copolímeros parcialmente cuaternizados de polivinilpirrolidonas, entre otros muchos polímeros adecuados. El procedimiento descrito comprende diversas etapas que siguen a la formación de la cápsula, siendo dicho procedimiento, por lo tanto, duradero y no rentable económicamente.

40 El documento US 2006/0216509 también desvela un procedimiento para la cationización de cápsulas de poliurea. El procedimiento incluye la adición, durante la formación de paredes, de poliaminas, de ahí que las cápsulas porten cargas latentes, dependiendo del pH del medio. Una vez formadas, las cápsulas se cationizan posteriormente por medio de acción de ácidos o alquilación para portar permanentemente cargas positivas. Por lo tanto, los compuestos catiónicos reaccionan con la pared de la cápsula, cambiando la misma químicamente.

45 Varios documentos de la técnica anterior desvelan microcápsulas de poliurea, pero no son catiónicas. Por ejemplo, el documento US 5.225.118 desvela microcápsulas de poliurea que comprenden un estabilizador coloidal en forma de solución acuosa de poli(alcohol vinílico) y polivinilpirrolidona, pero este estabilizador no es catiónico y por ese motivo las cápsulas no portan ninguna carga positiva. Las microcápsulas de la invención muestran una mejor deposición en la superficie sobre la que se aplican y, además, muestran una mejor dispersión en las bases del producto.

50 Otro ejemplo es el documento WO 2007/0041166 que describe microcápsulas de poliurea que comprenden poli(alcohol vinílico) y un tensioactivo aniónico. De nuevo, esas microcápsulas no son catiónicas. Por el contrario, son aniónicas y por ese motivo tienen diferentes propiedades cuando se comparan con las microcápsulas de la invención. En particular, las microcápsulas de la invención tienen el sorprendente y ventajoso efecto de dispersarse mejor en las bases de producto, especialmente en detergentes líquidos no estructurados.

La presente invención proporciona un nuevo procedimiento simplificado para la preparación de microcápsulas de poliurea. Soluciona ventajosamente el problema de proporcionar un procedimiento de una sola etapa para preparar microcápsulas de poliurea que porten cargas positivas permanentemente, que las cápsulas sean estables, se dispersen bien en bases del producto y se depositen bien sobre el sustrato sobre el que el producto perfumado se aplica. Como procedimiento de una sola etapa, el presente documento se refiere a un procedimiento que no incluye ninguna etapa adicional, tras la formación de la cápsula, a diferencia del caso de la técnica anterior.

Ninguno de los documentos de la técnica anterior mencionados anteriormente enseña el uso de un estabilizador específico en el procedimiento de la presente invención, como se describe a continuación, y en particular tampoco las proporciones específicas de los polímeros que forman dicho estabilizador.

10 **Sumario de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar microcápsulas de poliurea catiónicas que encapsulan un perfume. La invención se refiere a las cápsulas en sí mismas, así como a composiciones de perfume y artículos perfumados que las contienen.

Descripción detallada de la invención

15 Un objeto de la presente invención es un procedimiento para la preparación de microcápsulas de poliurea que comprende:

- (a) disolver al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en un perfume;
- (b) añadir a la mezcla obtenida en la etapa (a) un estabilizador coloidal en forma de una solución acuosa de

- a. 0,1 % a 0,4 % de un poli(alcohol vinílico) y
- 20 b. 0,6 % a 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado,

estando los porcentajes definidos por el peso, con respecto al peso total del estabilizador coloidal;

- (c) añadir a la mezcla obtenida en la etapa (b) un reactante seleccionado del grupo consistente en sales de guanidina solubles en agua y guanidina para formar una pared de poliurea con el poliisocianato.

25 El perfume en el que se disuelve el poliisocianato en la etapa (a) puede ser un ingrediente de perfumado solo o una mezcla de ingredientes, en forma de una composición de perfumado. Se pueden encontrar ejemplos específicos de tales ingredientes de perfumado en bibliografía actual, por ejemplo, en *Perfume and Flavour Chemicals*, 12969 (y ediciones posteriores), de S. Arctander; Montclair, N. J. (EE. UU.), así como en la extensa bibliografía de patentes y otras relacionadas con la industria del perfume. Son ampliamente conocidos por los expertos en la materia de productos para el consumidor de perfumado por transmitir un olor agradable a un producto para el consumidor.

30 Los ingredientes de perfumado se pueden disolver en un solvente de uso actual en la industria del perfume. Es preferible que el solvente no sea un alcohol. Ejemplos de dichos solventes son dietil ftalato, miristato de isopropilo, Abalyn[®], bencilbenzoato, citrato de etilo, limoneno u otros terpenos, o isoparafinas. Preferentemente, el solvente es muy hidrófobo e impedido estéricamente en gran parte, como por ejemplo Abalyn[®]. Preferentemente, el perfume comprende menos de un 30 % de solvente. Más preferentemente, el perfume comprende menos de un 20 % e incluso más preferentemente menos de un 10 % de solvente, estando todos esos porcentajes definidos en peso con respecto al peso total del perfume. Lo más preferentemente, el perfume está esencialmente libre de solvente.

Los ingredientes preferidos son los que tienen un elevado impedimento estérico y en particular aquellos que pertenecen a alguno de los siguientes grupos:

- 40 - Grupo 1: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de ciclohexilo, ciclohexenilo, ciclohexanona o ciclohexenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₁ a C₄ lineal o ramificado;
- Grupo 2: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de ciclopentilo, ciclopentenilo, ciclopentanona o ciclopentenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₄ a C₈ lineal o ramificado;
- 45 - Grupo 3: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de fenilo o ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de ciclohexilo, ciclohexenilo, ciclohexanona o ciclohexenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₅ a C₈ lineal o ramificado o con al menos un sustituyente fenilo y opcionalmente uno o más sustituyentes alquilo o alquenilo C₁ a C₃ lineales o ramificados;
- Grupo 4: ingredientes de perfumado que comprenden al menos dos anillos condensados o enlazados C₅ y/o C₆;
- 50 - Grupo 5: ingredientes de perfumado que comprenden una estructura cíclica de tipo alcanfor;
- Grupo 6: ingredientes de perfumado que comprenden al menos una estructura cíclica C₇ a C₂₀;
- Grupo 7: ingredientes de perfumado que tienen un valor logP superior a 3,5 y que comprenden al menos un *terc*-butilo o al menos un sustituyente triclorometilo.

Ejemplos de ingredientes de cada uno de esos grupos son:

- 5 - Grupo 1: 2,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carbaldehído (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), isociclocitral, mentona, isomentona, Romascone® (metil 2,2-dimetil-6-metilen-1-ciclohexanocarboxilato, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), nerona, terpineol, dihidroterpineol, acetato de terpenilo, acetato de dihidroterpenilo, dipenteno, eucaliptol, hexilato, óxido de rosa, Perycorolle® ((S)-1,8-p-mentadien-7-ol, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 1-p-menten-4-ol, (1RS,3RS,4SR)-3-p-acetato de mentanilo, (1R,2S,4R)-4,6,6-trimetil-biciclo[3,1,1]heptan-2-ol, Doremox® (tetrahidro-4-metil-2-fenil-2H-pirano, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), acetato de ciclohexilo, acetato de ciclanol, Fructalato (1,4-ciclohexano dietildicarboxilato, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Koumalactone® ((3ARS,6SR,7ASR)-perhidro-3,6-dimetil-benzo[B]furan-2-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Natactone ((6R)-perhidro-3,6-dimetil-benzo[B]furan-2-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 2,4,6-trimetil-4-fenil-1,3-dioxano, 2,4,6-trimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído;
- 10 - Grupo 2: (E)-3-metil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol (origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza), (1'R,E)-2-etil-4-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1'-il)-2-buten-1-ol (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Polysantol® ((1'R,E)-3,3-dimetil-5-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1'-il)-4-penten-2-ol, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), fleuramona Paradisone® (metil-(1R)-cis-3-oxo-2-pentil-1-acetato de ciclopentano, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Veloutone (2,2,5-Trimetil-5-pentil-1-ciclopentanona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Nirvanol® (3,3-dimetil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-4-penten-2-ol, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 3-metil-5-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-pentanol (origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza);
- 15 - Grupo 3: damasconas, Neobutenona® (1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), nectalactona ((1'R)-2-[2-(4'-metil-3'-ciclohexen-1'-il)propil]ciclopentanona), alfaionona, beta-ionona, damascenona, Dynascone® (mezcla de 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona y 1-(3,3-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Dorinone® beta (1-(2,6,6-trimetil-1-ciclohexen-1-il)-2-buten-1-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Romandolide® ((1S,1'R)-[1-(3',3'-Dimetil-1'-ciclohexil)etoxicarbonil]metil propanoato, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 2-*terc*-butil-1-acetato de ciclohexilo (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.), Limbanol® (1-(2,2,3,6-tetrametil-ciclohexil)-3-hexanol, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), trans-1-(2,2,6-trimetil-1-ciclohexil)-3-hexanol (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), (E)-3-metil-4-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-3-buten-2-ona, isobutirato de terpenilo, Lorisia® (4-(1,1-dimetiletil)-1-acetato de ciclohexilo, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 8-metoxi-1-p-menteno, Helvetolide® ((1S,1'R)-2-[1-(3',3'-dimetil-1'-ciclohexil)etoxi]-2-metilpropil propanoato, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), para *terc*-butilciclohexanona, mentenotiol, 1-metil-4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclohexeno-1-carbaldehído, alil ciclohexilpropionato, salicilato de ciclohexilo;
- 20 - Grupo 4: metil cedril cetona (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.), Verdilato, vetiverol, vetiverona, 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.), (5RS,9RS,10SR)-2,6,9,10-tetrametil-1-oxaspiro[4.5]deca-3,6-dieno y el isómero (5RS,9SR,10RS), 6-etil-2,10,10-trimetil-1-oxaspiro[4.5]deca-3,6-dieno, 1,2,3,5,6,7-hexahidro-1,1,2,3,3-pentametil-4-indenona (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.), Hivernal® (una mezcla de 3-(3,3-dimetil-5-indanil)propanal y 3-(1,1-dimetil-5-indanil)propanal, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Rhubofix® (3',4-dimetil-triciclo[6.2.1.0(2,7)]undec-4-eno-9-spiro-2'-oxirano, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 9/10-etildieno-3-oxatriciclo[6.2.1.0(2,7)]undecano, Poliwood® (acetato de perhidro-5,5,8A-trimetil-2-naftalenilo, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), octalinal, Cetalox® (dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,1-b]furan, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), acetato de triciclo[5.2.1.0(2,6)]dec-3-en-8-ilo y acetato de triciclo[5.2.1.0(2,6)]dec-4-en-8-ilo, así como propanoato de triciclo[5.2.1.0(2,6)]dec-3-en-8-ilo y propanoato de triciclo[5.2.1.0(2,6)]dec-4-en-8-ilo;
- 25 - Grupo 5: alcanfor, borneol, acetato de isobornilo, 8-isopropil-6-metil-biciclo[2.2.2]oct-5-eno-2-carbaldehído, camfopineno, cedramber (8-metoxi-2,6,6,8-tetrametil-triciclo[5.3.1.0(1,5)]undecano, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), cedreno, cedrenol, cedrol, Florex® (mezcla de 9-etilideno-3-oxatriciclo[6.2.1.0(2,7)]undecan-4-ona y 10-etilideno-3-oxatriciclo[6.2.1.0(2,7)]undecan-4-ona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), 3-metoxi-7,7-dimetil-10-metileno-biciclo[4.3.1]decano (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza);
- 30 - Grupo 6: Cedroxide® (trimetil-13-oxabiciclo-[10.1.0]-trideca-4,8-dieno, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Ambrettolide LG ((E)-9-hexadecen-16-olida, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Habanolide® (pentadecenolida, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), muscenona (3-metil-(4/5)-ciclopentadecenona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), muscona (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Exaltolide® (pentadecanólida, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Exaltone® (ciclopentadecanona, origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), (1-etoxietoxi)ciclododecano (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza), Astrotone;
- 35 - Grupo 7: Lilial® (origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza), rosinol.

60 Preferentemente, el perfume en el que el poliisocianato se disuelve comprende al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50 %, más preferentemente un 60 % de ingredientes seleccionados de los grupos 1 a 7, como se define anteriormente. Más preferentemente, dicha composición de perfume comprende al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50 % de ingredientes de los grupos 3 a 7, como se define anteriormente. Lo más preferentemente, dicha composición comprende al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50 % de ingredientes de los grupos 3, 4, 6 o 7, como se define anteriormente.

De acuerdo con otra realización preferida, el perfume comprende al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50 %, más preferentemente al menos un 60 % de ingredientes que tienen un logP superior a 3, preferentemente superior a 3,5 e incluso más preferentemente superior a 3,75.

5 De acuerdo con una realización adicional de la invención, el perfume usado en el procedimiento de la invención contiene menos de un 5 % de su propio peso de alcoholes primarios, menos de un 10 % de su propio peso de alcoholes secundarios y menos de un 15 % de su propio peso de alcoholes terciarios. Preferentemente, el perfume usado en el procedimiento de la invención no contiene ningún alcohol primario y contiene menos de un 10 % de alcoholes secundarios y terciarios.

10 De acuerdo con otra realización preferida de la invención se usa una cantidad de entre 28 y 60 % de perfume en el procedimiento de la invención, estando estos porcentajes definidos en peso con respecto al peso total de las microcápsulas.

15 El poliisocianato usado en el procedimiento de la invención comprende al menos dos grupos isocianato. Preferentemente contiene al menos tres grupos isocianato. Siguiendo estos números de grupos funcionales se alcanza una reticulación o una red óptima de pared de cápsulas, proporcionando de ese modo que las microcápsulas presenten una liberación lenta prolongada sorprendente de fragancias, así como una mejor estabilidad sorprendente en el producto para el consumidor.

20 Se prefieren moléculas de poliisocianato con baja volatilidad por su baja toxicidad. En particular, el poliisocianato se selecciona preferentemente del grupo que consiste en un trímero de hexametileno diisocianato, un trímero de isofozona diisocianato o un biuret de hexametileno diisocianato, entre los que se prefiere aún más un biuret de hexametileno diisocianato.

Es preferible que se añada el poliisocianato en una cantidad comprendida entre 2 y 20 % en peso, relativo al peso total de la solución.

25 El estabilizador coloidal añadido en el punto (b) comprende poli(alcohol vinílico) como estabilizador y un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado, que es muy eficiente dispersando las cápsulas en productos para el consumidor basados en tensioactivos.

De acuerdo con una realización preferida, el estabilizador coloidal está en forma de una solución acuosa de

- a. entre 0,15 % y 0,25 % de un poli(alcohol vinílico) y
- b. entre 0,75 % y 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado,

estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total del estabilizador coloidal.

30 Estos polímeros se deben añadir a las concentraciones definidas anteriormente para obtener una emulsión estable, que no se separa por fases. En particular, usar mayores concentraciones de poli(alcohol vinílico) induce a una separación de fases al añadir las cápsulas a un producto para el consumidor basado en tensioactivos. El estabilizador coloidal se prepara fácilmente disolviendo ambos polímeros en agua.

35 De acuerdo con una realización preferida, el copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado es uno de los que se venden con el nombre comercial Luviquat®, en particular Luviquat® Ultra Care o Luviquat® FC 550 (origen: BASF), estando esos productos definidos como copolímeros de vinilpirrolidona (VP) y vinilimidazol cuaternizado (QVI) con una serie de densidades de carga, en solución acuosa.

40 En la etapa c) del procedimiento de la invención se añade un reactante seleccionado del grupo de sales de guanidina solubles en agua. Por "sal de guanidina soluble en agua" se entiende una sal soluble en agua y que resulta de la reacción de guanidina con un ácido. Un ejemplo de dicha sal es carbonato de guanidina. La pared de poliurea de las microcápsulas es el resultado de la polimerización interfacial entre el poliisocianato disuelto en la etapa a) y el reactante añadido en la etapa c).

45 Preferentemente, por cada mol de grupo isocianato disuelto en el perfume en la etapa a) se añaden de 1 a 3, preferentemente de 1,2 a 2 moles de guanidina o sal de guanidina en la etapa c). En consecuencia, se añade un exceso de dicho reactante.

No se requiere acción específica para inducir la polimerización entre los poliisocianatos y la guanidina o la sal de guanidina en la dispersión. La reacción empieza inmediatamente después de añadir dicho reactante. Preferentemente, la reacción se mantiene durante un período de 2 a 15 horas, más preferentemente de 4 a 10 horas.

50 La composición específica de la pared de poliurea es clave para obtener microcápsulas que se encuentran en el delicado equilibrio entre liberación y retención para así alcanzar satisfactoriamente una liberación lenta y constante de fragancias a lo largo del tiempo, una vez que las cápsulas se colocan sobre materiales textiles o pelo, mientras se muestra la deseada estabilidad en la base del producto (por ejemplo, se contrarresta de manera eficiente la extracción del perfume a través de los tensioactivos del producto para el consumidor). De ese modo, la selección de

la guanidina o sal de guanidina y el poliisocianato, entre los que se han nombrado anteriormente, permite la excelente sintonía de las propiedades y la estabilidad de las cápsulas.

5 La dispersión se puede preparar con mezcla de alta cizalla y se puede ajustar al tamaño de gota deseado. El tamaño de gota se puede comprobar con mediciones de dispersión de luz o microscopio. Para el objetivo de la presente invención, una dispersión se caracteriza por la estabilización de las gotas de aceite por medio de un estabilizador coloidal, en contraste con una emulsión, en la que las gotas de aceite se estabilizan con emulsionantes.

Las microcápsulas obtenidas con el procedimiento de cualquiera de las realizaciones descritas anteriormente también son objeto de la presente invención. Por ese motivo, las microcápsulas comprenden

10 - una pared de poliurea, que es el producto de reacción de la polimerización entre al menos un poliisocianato que comprende al menos dos grupos funcionales isocianato y al menos un reactante seleccionado del grupo que consiste en una sal de guanidina soluble en agua y guanidina;
 - un estabilizador coloidal; y
 - un perfume encapsulado;

15 caracterizado porque el estabilizador coloidal consiste en una solución acuosa de

- entre 0,1 % y 0,4 % de poli(alcohol vinílico)
 - entre 0,6 % y 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado;

estando todos los porcentajes definidos en peso con respecto al peso total del estabilizador coloidal.

20 Las microcápsulas obtenidas tienen un diámetro medio comprendido entre 1 y 50 μm y preferentemente comprendido entre 5 y 20 μm . En el presente contexto, "diámetro medio" se refiere a la media aritmética. Los presentes inventores descubrieron que con microcápsulas de ese tamaño se obtiene una deposición y/o adherencia óptima de microcápsulas a la superficie meta, por ejemplo, material textil, pelo o piel.

Las microcápsulas también se caracterizan preferentemente por un potencial Zeta comprendido entre 20 y 60 mV, preferentemente entre 25 y 45 mV.

25 La composición de pared de poliurea, el poliisocianato, el perfume, el estabilizador coloidal y la guanidina o la sal de guanidina soluble en agua están, como se describe anteriormente, relacionados con el procedimiento de preparación de las microcápsulas.

30 Las microcápsulas de la invención se pueden usar de manera ventajosa para una liberación controlada del perfume encapsulado. Por ese motivo, se aprecia de manera particular incluir esas microcápsulas como ingredientes de perfumado en un producto perfumado para el consumidor. El resultado es muy sorprendente, ya que esos productos para el consumidor pueden contener grandes cantidades (típicamente más de un 10 % de su propio peso) de tipos específicos de surfactante/tensioactivo/solventes y que se conocen por disminuir de manera significativa la estabilidad y el rendimiento de esas cápsulas. En otras palabras, el uso de las microcápsulas de la invención en los productos para el consumidor proporciona ventajas inesperadas en comparación con el mismo uso de otras cápsulas similares de la técnica anterior.

35 Como se muestra en los ejemplos más abajo, las microcápsulas de poliurea catiónicas obtenidas por medio del procedimiento de la invención proporcionan mejor deposición del perfume en la superficie tratada junto con una mejor estabilidad en un ambiente químicamente agresivo y de ahí una buena retención del perfume, especialmente en detergentes y suavizantes para ropa. Las microcápsulas de poliurea catiónicas también se dispersan bien en la base de productos para el consumidor, de manera que no se induce ninguna separación de fases tras la adición de las cápsulas a la base y durante un periodo de almacenamiento suficiente. Las microcápsulas de la invención proporcionan una liberación controlada del perfume encapsulado, siendo ese perfume liberado lentamente de las microcápsulas, de ahí que se mejore considerablemente la duración e intensidad del perfume.

40 Un producto perfumado para el consumidor que comprende las microcápsulas de la invención también es objeto de la presente invención. En particular, el producto para el consumidor puede estar en forma de un producto de cuidado del hogar o personal. Preferentemente, está en forma de champú líquido, acondicionador para el cabello, gel de ducha, detergente, limpiador para todas las superficies o suavizante para ropa o en forma de un detergente en polvo o en pastilla. Más preferentemente, el producto para el consumidor está en forma de detergente líquido, en polvo o pastilla, o forma de suavizante para ropa. Como detergentes se incluyen en la presente invención productos tales como composiciones de detergente o productos de limpieza para fregar o limpiar diferentes superficies, por ejemplo, que tienen por objetivo el tratamiento de materiales textiles, platos o superficies duras (suelos, baldosas, suelos de piedra, etc.). Preferentemente, la superficie es un material textil.

45 La mezcla de reacción obtenida en el procedimiento de la invención se puede usar como tal para perfumar los productos para el consumidor. Por ejemplo, la mezcla de reacción se puede añadir directamente a un suavizante para ropa líquido a un índice de 0,1 a 30 % en peso con respecto al peso total del suavizante. Como alternativa, las

microcápsulas obtenidas en el procedimiento de la invención se pueden aislar de la mezcla de reacción antes de ser incorporada en un producto para el consumidor. De manera similar, la mezcla de reacción que comprende las microcápsulas de la invención se puede pulverizar en un producto seco en polvo, tal como un jabón en polvo o detergente en polvo o se pueden secar las microcápsulas y añadirse a esos productos en forma sólida.

- 5 Preferentemente, el producto para el consumidor comprende de 0,01 a 4,5 %, más preferentemente de 0,01 a 4 % de las microcápsulas de la presente invención, estando esos porcentajes definidos en peso con respecto al peso total del producto para el consumidor. Por supuesto, las concentraciones anteriormente referidas se pueden adaptar de acuerdo al efecto olfativo deseado en cada producto.

- 10 Formulaciones de bases de productos para el consumidor en los que las microcápsulas de la invención se pueden incorporar se pueden encontrar en abundante bibliografía relativa a esos productos. Esas formulaciones no garantizan una descripción detallada en el presente documento, que en ningún caso será exhaustiva. El experto en la materia de formular esos productos para el consumidor tiene la capacidad de seleccionar perfectamente los componentes adecuados en base a su conocimiento general y la bibliografía disponible. En particular, ejemplos de esas formulaciones se pueden encontrar en documentos de patente y solicitudes de patente relativos a esos
- 15 productos, como por ejemplo en el documento WO 2008/016684 (páginas 10 a 14), en el documento US 2007/0202063 (párrafos [0044] a [0099]), en el documento WO 2007/062833 (páginas 26 a 44), en el documento WO 2007/062733 (páginas 22 a 40), en el documento WO 2005/054422 (páginas 4 a 9), en el documento EP 1741775, en el documento GB 2432843, en el documento GB 2432850, en el documento GB 2432851 o en el documento GB 2432852.

20 **Ejemplos**

Los siguientes ejemplos son adicionalmente ilustrativos de las presentes realizaciones de la invención, y demuestran además las ventajas de los dispositivos de la invención con relación a las enseñanzas de la técnica anterior.

Ejemplo 1

Preparación de microcápsulas de poliurea catiónicas

- 25 Se prepararon cápsulas de poliurea en un reactor de un litro de doble camisa de vidrio equipado con un agitador con raspador y con un sistema Ystral de rotor-estator (500-1800 rpm).

En un experimento típico se disolvieron 10,20 g del poliisocianato (Desmodur® N100, origen: Bayer) en 291,4 g de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en el reactor y se agitó con el agitador con raspador a 50 rpm.

- 30 La solución estabilizadora acuosa se preparó disolviendo el poli(alcohol vinílico) (Mowiol® 18-88, origen: Fluka) y el copolímero catiónico Luviquat® Ultra Care (polyquaternium-44, origen: BASF) en agua desionizada. La concentración final de poli(alcohol vinílico) fue de 0,25 % mientras que la concentración de Luviquat® Ultra Care fue de 0,75 %, siendo esos porcentajes relativos al peso total de la solución estabilizadora.

- 35 La solución estabilizadora se introdujo en el reactor a temperatura ambiente en una cantidad de 582,50 g. Se paró el agitador con raspador y después se preparó una preemulsión dispersando la fase del perfume en la fase acuosa con el sistema de rotor/estator. Durante esta etapa se mantuvo la temperatura a 10 °C. El tiempo y la velocidad de agitación se ajustaron para alcanzar la distribución de tamaño deseada de la emulsión. Una vez que se preparó la emulsión, la agitación se continuó con el agitador con raspador a 200 rpm hasta el final del procedimiento.

Se añadieron a la emulsión 2,00 g de una solución acuosa de 10 % de cloruro de tetraetil amonio (origen: Fluka).

- 40 Después se añadieron 4,00 g de carbonato de guanidina (origen Fluka) disueltos en 112,20 g de agua desionizada al reactor en 6 veces (cada 10 minutos). La temperatura de la mezcla de reacción se incrementó después lentamente de 10 °C a 70 °C (durante 1 hora). La temperatura se mantuvo a 70 °C durante dos horas. La velocidad de agitación se disminuyó después a 100 rpm y se enfrió la suspensión de las cápsulas a temperatura ambiente.

- 45 El contenido de perfume en la suspensión de cápsulas era de aproximadamente 28 %, relativo al peso total de la suspensión. La distribución del tamaño de las cápsulas se controló a través de microscopio óptico y dispersión de luz (Mastersizer S, Malvern), mientras que la carga de la superficie se controló a través de mediciones de potencial Zeta (Nanosizer, Malvern).

La síntesis se repitió varias veces y el valor del potencial Zeta medido para las cápsulas obtenidas estaba comprendido entre +8 y +20 mV, indicando que las cápsulas se cargaron con carga catiónica.

Ejemplo 2

- 50 Preparación de microcápsulas de poliurea catiónicas

Se prepararon cápsulas de poliurea en un reactor de un litro de doble camisa de vidrio equipado con un agitador con raspador y con un sistema Ystral de rotor-estator (500-1800 rpm).

En un experimento típico se disolvieron 22,40 g del poliisocianato (Desmodur® N100, origen: Bayer) en 400 g de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en el reactor y se agitó con el agitador con raspador a 50 rpm.

5 La solución estabilizadora acuosa se preparó disolviendo el poli(alcohol vinílico) (Mowiol® 18-88, origen: Fluka) y el copolímero catiónico Luviquat® Ultra Care (polyquaternium-44, origen: BASF) en agua desionizada. La concentración final de poli(alcohol vinílico) fue de 0,25 % mientras que la concentración de Luviquat® Ultra Care fue de 0,75 %, siendo esos porcentajes relativos al peso total de la solución estabilizadora.

10 La solución estabilizadora se introdujo en el reactor a temperatura ambiente en una cantidad de 570,70 g. Se paró el agitador con raspador y después se preparó una preemulsión dispersando la fase del perfume en la fase acuosa con el sistema de rotor/estator. Durante esta etapa se mantuvo la temperatura a 10 °C. El tiempo y la velocidad de agitación se ajustaron para alcanzar la distribución de tamaño deseada de la emulsión. Una vez que se preparó la emulsión, la agitación se continuó con el agitador con raspador a 200 rpm hasta el final del procedimiento.

Se añadieron a la emulsión 4,00 g de una solución acuosa de 50 % de cloruro de tetraetil amonio (origen: Fluka).

15 Después se añadieron 5,30 g de carbonato de guanidina (origen Fluka) al reactor en 6 veces (cada 10 minutos). La temperatura de la mezcla de reacción se incrementó después lentamente de 10 °C a 70 °C (durante 1 hora). La temperatura se mantuvo a 70 °C durante dos horas. La velocidad de agitación se disminuyó después a 100 rpm y se enfrió la suspensión de las cápsulas a temperatura ambiente.

20 El contenido de perfume en la suspensión de cápsulas era de aproximadamente 40 %, relativo al peso total de la suspensión. La distribución del tamaño de las cápsulas se controló a través de microscopio óptico y dispersión de luz (Mastersizer S, Malvern), mientras que la carga de la superficie se controló a través de mediciones de potencial Zeta (Nanosizer, Malvern).

La síntesis se repitió varias veces y el valor del potencial Zeta medido para las cápsulas obtenidas estaba comprendido entre +8 y +20 mV, indicando que las cápsulas se cargaron con carga catiónica.

Ejemplo 3

Preparación de microcápsulas de poliurea catiónicas

25 Se prepararon cápsulas de poliurea en un reactor de un litro de doble camisa de vidrio equipado con un agitador con raspador y con un sistema Ystral de rotor-estator (500-1800 rpm).

En un experimento típico se disolvieron 10,20 g del poliisocianato (Desmodur® N100, origen: Bayer) en 291,4 g de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en el reactor y se agitó con el agitador con raspador a 50 rpm.

30 La solución estabilizadora acuosa se preparó disolviendo el poli(alcohol vinílico) (Mowiol® 18-88, origen: Fluka) y el copolímero catiónico Luviquat® Ultra Care (polyquaternium-44, origen: BASF) en agua desionizada. La concentración final de poli(alcohol vinílico) fue de 0,25 % mientras que la concentración de Luviquat® Ultra Care fue de 1 %, siendo esos porcentajes relativos al peso total de la solución estabilizadora.

35 La solución estabilizadora se introdujo en el reactor a temperatura ambiente en una cantidad de 582,50 g. Se paró el agitador con raspador y después se preparó una preemulsión dispersando la fase del perfume en la fase acuosa con el sistema de rotor/estator. Durante esta etapa se mantuvo la temperatura a 10 °C. El tiempo y la velocidad de agitación se ajustaron para alcanzar la distribución de tamaño deseada de la emulsión. Una vez que se preparó la emulsión, la agitación se continuó con el agitador con raspador a 200 rpm hasta el final del procedimiento.

Se añadieron a la emulsión 2,00 g de una solución acuosa de 10 % de cloruro de tetraetil amonio (origen: Fluka).

40 Después se añadieron 4,00 g de carbonato de guanidina (origen Fluka) disueltos en 112,20 g de agua desionizada al reactor en 6 veces (cada 10 minutos). La temperatura de la mezcla de reacción se incrementó después lentamente de 10 °C a 70 °C (durante 1 hora). La temperatura se mantuvo a 70 °C durante dos horas. La velocidad de agitación se disminuyó después a 100 rpm y se enfrió la suspensión de las cápsulas a temperatura ambiente.

45 El contenido de perfume en la suspensión de cápsulas era de aproximadamente 28 %, relativo al peso total de la suspensión. La distribución del tamaño de las cápsulas se controló a través de microscopio óptico y dispersión de luz (Mastersizer S, Malvern), mientras que la carga de la superficie se controló a través de mediciones de potencial Zeta (Nanosizer, Malvern). Un valor positivo del potencial Zeta indicó que las cápsulas se cargaron con carga catiónica.

Ejemplo 4

Preparación de microcápsulas de poliurea catiónicas

50 Se prepararon cápsulas de poliurea en un reactor de un litro de doble camisa de vidrio equipado con un agitador con raspador y con un sistema Ystral de rotor-estator (500-1800 rpm).

En un experimento típico se disolvieron 22,40 g del poliisocianato (Desmodur® N100, origen: Bayer) en 400 g de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en el reactor y se agitó con el agitador con raspador a 50 rpm.

5 La solución estabilizadora acuosa se preparó disolviendo el poli(alcohol vinílico) (Mowiol® 18-88, origen: Fluka) y el copolímero catiónico Luviquat® Ultra Care (polyquaternium-44, origen: BASF) en agua desionizada. La concentración final de poli(alcohol vinílico) fue de 0,25 % mientras que la concentración de Luviquat® Ultra Care fue de 1 %, siendo esos porcentajes relativos al peso total de la solución estabilizadora.

10 La solución estabilizadora se introdujo en el reactor a temperatura ambiente en una cantidad de 570,70 g. Se paró el agitador con raspador y después se preparó una preemulsión dispersando la fase del perfume en la fase acuosa con el sistema de rotor/estator. Durante esta etapa se mantuvo la temperatura a 10 °C. El tiempo y la velocidad de agitación se ajustaron para alcanzar la distribución de tamaño deseada de la emulsión. Una vez que se preparó la emulsión, la agitación se continuó con el agitador con raspador a 200 rpm hasta el final del procedimiento.

Se añadieron a la emulsión 4,00 g de una solución acuosa de 50 % de cloruro de tetraetil amonio (origen: Fluka).

15 Después se añadieron 5,30 g de carbonato de guanidina (origen Fluka) al reactor en 6 veces (cada 10 minutos). La temperatura de la mezcla de reacción se incrementó después lentamente de 10 °C a 70 °C (durante 1 hora). La temperatura se mantuvo a 70 °C durante dos horas. La velocidad de agitación se disminuyó después a 100 rpm y se enfrió la suspensión de las cápsulas a temperatura ambiente.

20 El contenido de perfume en la suspensión de cápsulas era de aproximadamente 40 %, relativo al peso total de la suspensión. La distribución del tamaño de las cápsulas se controló a través de microscopio óptico y dispersión de luz (Mastersizer S, Malvern), mientras que la carga de la superficie se controló a través de mediciones de potencial Zeta (Nanosizer, Malvern). Un valor del potencial Zeta de +5 mV indicó que las cápsulas se cargaron con carga catiónica.

Ejemplo 5

Preparación de microcápsulas de poliurea catiónicas

25 Se prepararon cápsulas de poliurea en un reactor de un litro de doble camisa de vidrio equipado con un agitador con raspador y con un sistema Ystral de rotor-estator (500-1800 rpm).

En un experimento típico se disolvieron 23 g del poliisocianato (Desmodur® N100, origen: Bayer) en 400 g de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en el reactor y se agitó con el agitador con raspador a 50 rpm.

30 La solución estabilizadora acuosa se preparó disolviendo el poli(alcohol vinílico) (Mowiol® 18-88, origen: Fluka) y el copolímero catiónico Luviquat® FC 550 (polyquaternium-16, origen: BASF) en agua desionizada. La concentración final de poli(alcohol vinílico) fue de 0,25 % mientras que la concentración de Luviquat® FC 550 fue de 0,75 %, siendo esos porcentajes relativos al peso total de la solución estabilizadora.

35 La solución estabilizadora se introdujo en el reactor a temperatura ambiente en una cantidad de 549 g. Se paró el agitador con raspador y después se preparó una preemulsión dispersando la fase del perfume en la fase acuosa con el sistema de rotor/estator. El tiempo y la velocidad de agitación se ajustaron para alcanzar la distribución de tamaño deseada de la emulsión. Una vez que se preparó la emulsión, la agitación se continuó con el agitador con raspador a 200 rpm hasta el final del procedimiento.

Se añadieron a la emulsión 4,00 g de una solución acuosa de 50 % de cloruro de tetraetil amonio (origen: Fluka).

40 Después se añadieron 9 g de carbonato de guanidina (origen: Across Organics) disueltos en 19 g de agua desionizada al reactor en 6 veces (cada 10 minutos). La temperatura de la mezcla de reacción se incrementó después lentamente de temperatura ambiente a 70 °C (durante 1 hora). La temperatura se mantuvo a 70 °C durante dos horas. La velocidad de agitación se disminuyó después a 100 rpm y se enfrió la suspensión de las cápsulas a temperatura ambiente.

45 El contenido de perfume en la suspensión de cápsulas era de aproximadamente 40 %, relativo al peso total de la suspensión. La distribución del tamaño de las cápsulas se controló a través de microscopio óptico y dispersión de luz (Mastersizer S, Malvern), mientras que la carga de la superficie se controló a través de mediciones de potencial Zeta (Nanosizer, Malvern).

La síntesis se repitió varias veces y el valor del potencial Zeta medido para las cápsulas obtenidas estaba comprendido entre +35 mV y +45 mV, indicando así que las cápsulas se cargaron con carga catiónica.

Ejemplo 6

50 Estabilidad de las microcápsulas al incorporarse en un producto para el consumidor de tipo suavizante o de tipo detergente líquido concentrado

Se preparó una composición de perfumado al mezclar los ingredientes enumerados en la tabla 1 en las cantidades indicadas. Los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total de la composición de perfumado.

Tabla 1: Composición del perfume

Ingredientes	%	LogP	Grupo de impedimento estérico
1,8-Cineol	5,00	3,13	1
Verdilato	15,00	3,76	4
δ-Damascona	3,00	4,13	3
Lilial ^{®1)}	12,00	4,36	7
Acetato de dihidroterpenilo	6,00	4,42	1
β-Ionona	2,00	4,42	3
Lorysia ^{®2)}	6,50	4,42	3
Iso E super ^{®3)}	10,00	4,71	4
Cetalox ^{®4)}	2,00	4,76	4
Habanolide ^{®5)}	82,00	4,88	6
1-Metil-4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclohexeno-1-carbaldehído	1,00	5,19	3
Polysantol ^{®6)}	2,00	5,39	2
Aceite esencial de pachuli	3,00	5,5	4
Octalinol	0,50	4,28	4
Salicilato de ciclohexilo	5,30	4,87	3
Miristato de isopropilo	1,00	7,17	
Neobutenone ^{® alfa} ⁷⁾	2,50	4,45	3
Iralia ^{® total} ⁸⁾	12,00	4,84	3
Nectalactone ⁹⁾	3,00	5,05	3
Total	100,00		

1) 3-(4-*terc*-butilfenil)-2-metilpropanal (origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza)
2) acetato de 4-(1,1-dimetiletil)-1-ciclohexilo (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
3) 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona (origen: International Flavors & Fragrances, EE. UU.)
4) dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,1-b]furano (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
5) pentadecenolida (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
6) (1'R,E)-3,3-dimetil-5-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1'-il)-4-penten-2-ol (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
7) 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
8) Mezcla de isómeros de metiliononas (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)
9) (1'R)-2-[2-(4'-metil-3'-ciclohexen-1'-il)propil]ciclopentanona (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)

5 La distribución logP de los ingredientes presentes en la composición de perfumado se resume en la tabla 2 y las proporciones de la composición de perfumado que consiste en ingredientes de cada uno de los grupos 1 a 7 de alto impedimento estérico, como se describe anteriormente, se resume en la tabla 3. Los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total de la composición de perfumado.

10

Tabla 2: composición del perfume por logP de ingredientes

LogP	%
logP > 5	10,00
4,5 < logP < 5	37,50

(continuación)

LogP	%
4 < logP < 4,5	32,50
3,5 < logP < 4	15,00
3 < logP < 3,5	5,00
Total	100,00

Tabla 3: Composición del perfume por grupo de alto impedimento estérico

Grupo de alto impedimento estérico	%
Grupo 1	11,00
Grupo 2	2,00
Grupo 3	35,30
Grupo 4	30,50
Grupo 5	0,00
Grupo 6	8,20
Grupo 7	12,00
Concentración total de ingredientes en grupos 1 a 7	99,00
Concentración total de ingredientes en grupos 3, 4, 6 y 7	86,00

- 5 Esta composición de perfumado se encapsuló siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2 y se añadió a un suavizante para ropa concentrado o a un detergente líquido concentrado.

La base del detergente líquido concentrado estaba disponible en el mercado como Tide® 2x Concentrated HE Free of perfume & dye (marca registrada de Procter and Gamble, EE. UU.).

- 10 La base del suavizante para ropa concentrado se preparó añadiendo los ingredientes de la tabla 4 en las cantidades indicadas. Los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total de la base no perfumada del suavizante para ropa.

Tabla 4: Formulación de la base del suavizante para ropa concentrado

Ingrediente	%
Stepantex VL90 A Diéster Quat ¹⁰⁾	16,50
Proxel GXL ¹¹⁾	0,04
CaCl ₂ (solución acuosa al 10 %)	0,20
Agua	83,26
10) Origen: Stepan	
11) Origen: Avecia	

- 15 Las cápsulas se mezclaron al 1,25 % en el suavizante o el detergente líquido no perfumado y ambos productos se almacenaron durante un mes en hornos a 22 °C o 37 °C antes de analizar por medio de EM-CG la cantidad de perfume filtrada de las cápsulas durante el mes de almacenamiento.

Los resultados de los análisis de EM-CG se resumen en la tabla 5, en la que los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total del ingrediente presente en la base del producto.

Tabla 5: Porcentaje de ingrediente filtrado de las cápsulas durante un mes de almacenamiento

Ingredientes	% en suavizante para ropa	% en detergente líquido concentrado	
	37 °C	22 °C	37 °C
1,8-Cineol	11	2	21
Verdilato	5	1	14
δ-Damascona	3	1	8
Lilial [®]	3	1	14
Acetato de dihidroterpenilo	4	1	14
β-Ionona	5	1	14
Lorysia [®]	5	1	11
Iso E super [®]	4	1	4
Cetalox [®]	3	0	4
Habanolide [®]	1	0	0
1-Metil-4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclohexeno-1-carbaldehído	1	2	20
Polysantol [®]	2	1	6
Aceite esencial de pachuli	4	0	5
Octalinol	3	N/D*	N/D*
Salicilato de ciclohexilo	7	1	25
Miristato de isopropilo	N/D*	N/D*	N/D*
Neobutenone [®] alfa	9	1	27
Iralia [®] total	3	1	6
Nectalactona	5	1	19
* Sin datos (no resuelto)			

Esos resultados analíticos muestran claramente que la filtración de perfume de un ingrediente dado fuera de la cápsula disminuye al aumentar el logP. Además, para un logP similar, las materias primas incluidas en los grupos 1 a 7 de alto impedimento estérico muestran claramente un índice de filtración reducido frente a materias primas de logP similar no incluidas en esos grupos.

Ejemplo 7

Rendimiento olfativo de las microcápsulas en ropa seca, en el momento en que se emiten de un producto para el consumidor del tipo suavizante

- 10 Se encapsuló una composición de perfumado como se preparó en el ejemplo 6 siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2. Las cápsulas se mezclaron al 1,25 % en la base del suavizante para ropa no perfumado. La concentración final del perfume en la base del suavizante era de 0,5 %. Se preparó una referencia al mezclar al 0,5 % la composición de perfumado libre descrita en el ejemplo 6 con la base del suavizante no perfumado descrita en el mismo ejemplo.
- 15 La ropa (2,5 kg de toallas de algodón de felpa) se lavó en una máquina de eje horizontal europea estándar (condiciones: 40 °C, ciclo corto, 85 g de detergente de mercado no perfumado Via (origen: Unilever, Suecia)). Se añadieron 35 g de suavizante para ropa preparado recientemente (con o sin cápsulas) al último enjuagado del lavado. Después se puso a secar la ropa. Un panel de 15-20 personas evaluó la intensidad del olor de las toallas de algodón después de 1, 3 y 7 días, antes y después del frotado. En una evaluación de prueba a ciegas se pidió al
- 20 panel que indicara la intensidad del olor de las toallas tratadas con el suavizante para ropa que comprendía las cápsulas, respectivamente con el suavizante para ropa que comprendía perfume libre, en una escala de 0 a 7, correspondiendo 0 a inodoro y 7 a un olor muy intenso. Los resultados de esta prueba a ciegas se presentan en la tabla 6.

Tabla 6: intensidad de olor de las toallas de algodón enjuagadas con suavizante para ropa preparado recientemente

Muestra	Secado de 1 día		Secado de 3 días		Secado de 7 días	
	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado
Perfume libre	2,5	2,7	3,2	3,3	3,6	3,8
Perfume encapsulado	4,6	6,4	4,6	5,8	4,2	5,5

5 El rendimiento olfativo era claramente mayor para ropa seca tratada con la composición de perfumado encapsulado cuando se comparó con la ropa tratada con la composición de perfumado libre. El rendimiento olfativo de las toallas tratadas con el suavizante que comprendía el perfume encapsulado es bueno ya antes del frotado, pero la intensidad del olor se incrementa después del frotado, lo que demuestra que la liberación del perfume de las cápsulas aumenta al frotar las toallas.

10 El análisis sensorial se repitió como se describe más arriba, pero con un suavizante para ropa que se ha almacenado a 35 °C durante un mes previo al lavado, en lugar de un suavizante para ropa preparado recientemente. Los resultados se presentan en la tabla 7.

Tabla 7: intensidad del olor de las toallas de algodón enjuagadas con un suavizante para ropa tras un mes de almacenamiento

Muestra	Secado de 1 día		Secado de 3 días		Secado de 7 días	
	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado
Perfume libre	3,8	4,1	3,9	3,8	3,4	3,3
Perfume encapsulado	5,4	6,6	4,4	6,2	4,5	6,0

15 El rendimiento olfativo era de nuevo claramente mayor para ropa seca tratada con la composición de perfumado encapsulado cuando se comparó con la ropa tratada con la composición de perfumado libre. Un beneficio claro se observa así todavía en la ropa tratada con el suavizante que contiene las cápsulas de la invención (tanto antes como después del frotado) incluso si las muestras de suavizante (con y sin cápsulas) se han almacenado durante un mes a 35 °C antes del lavado.

Ejemplo 8

20 Rendimiento olfativo de las microcápsulas en ropa seca, en el momento en que se emiten de un producto para el consumidor del tipo detergente líquido concentrado

25 Se encapsuló una composición de perfumado, como se preparó en el ejemplo 6, siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2. Las cápsulas se mezclaron al 0,75 % en el detergente líquido concentrado no perfumado disponible en el mercado como Tide® 2x Concentrated HE Free of perfume & dye (marca registrada de Procter and Gamble, EE. UU.). La concentración final de perfume en la base del detergente es de 0,3 %. Se prepara una referencia al mezclar al 0,3 % la composición de perfumado libre descrita en el ejemplo 3 con la base de detergente no perfumada Tide® 2x HE Free.

30 La ropa (2,5 kg de toallas de algodón de felpa) se lavó en una máquina de eje horizontal europea estándar a 40 °C. Se añadieron 50 g de detergente preparado recientemente (con o sin cápsulas) al comienzo del lavado a través del cajón de detergente. Tras el lavado se puso a secar la ropa y un panel de 15-20 personas evaluó la intensidad del olor de las toallas de algodón después de 1, 3 y 7 días, antes y después del frotado. En una evaluación de prueba a ciegas se pidió al panel que indicara la intensidad del olor de las toallas lavadas con el detergente que comprendía las cápsulas y con el detergente que comprendía perfume libre en una escala de 0 a 7, correspondiendo 0 a inodoro y 7 a un olor muy intenso. Los resultados de esta prueba a ciegas se presentan en la tabla 8.

35

Tabla 8: intensidad del olor de las toallas de algodón lavadas con el detergente recién preparado

Muestra	Secado de 1 día		Secado de 3 días		Secado de 7 días	
	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado
Perfume libre	3,2	3,5	2,8	2,9	2,5	2,5
Perfume encapsulado	3,5	5,0	3,1	4,9	3,5	5,1

5 Después de 1, 3 y 7 días de secado, el impacto del perfume en la ropa seca lavada con la composición de perfumado encapsulada se percibía más intensamente que en la ropa seca lavada con la composición de perfumado libre. Como se remarcó en el ejemplo 4, el efecto es incluso mayor después del frotado. De hecho, se observa un aumento muy significativo en intensidad de perfume tras frotado en ropa tratada con cápsulas, mientras que el frotado no tiene impacto en ropa lavada con el detergente que comprende la composición de perfumado libre.

Ejemplo 9

10 Estabilidad de las microcápsulas al incorporarse en un producto para el consumidor del tipo suavizante o del tipo detergente líquido concentrado

Se preparó una composición de perfumado añadiendo los ingredientes enumerados en la tabla 9 en las cantidades indicadas. Los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total de la composición de perfumado.

Tabla 9: composición del perfume

Ingredientes	%	LogP	Grupo de impedimento estérico
Ciclogalbanato ¹²⁾	1,13	2,72	1
Etil 2-metil-pentanoato ¹³⁾	1,62	2,76	
2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído ¹⁴⁾	1,25	2,85	1
Acetato de verdilo	6,25	2,85	4
γ-Undecalactona	1,88	3,06	
Yara yara ¹⁵⁾	1,87	3,25	
Propionato de verdilo	3,75	3,34	4
Dihidroterpineol	0,50	3,42	1
Óxido de rosa	0,25	3,58	1
Heptanoato de alilo	0,63	3,67	
Acetato de isobornilo	2,50	3,86	5
δ-Damascona	1,00	4,13	3
Acetato de terpenilo	7,50	4,34	1
Lilial ^{® 16)}	12,50	4,36	7
Verdox ^{® 17)}	18,75	4,42	3
Acetato de dihidroterpenilo	2,50	4,42	1
β-Ionona	12,50	4,42	3
Acetato de geranilo	5,00	4,48	

(continuación)

Ingredientes	%	LogP	Grupo de impedimento estérico
Iso E super ^{® 18)}	7,50	4,71	4
Aldehído hexilcinámico	5,00	4,82	
Habanolide ^{® 19)}	0,62	4,88	6
Abalyn [®]	5,50	>7	
Total	100,00		

12) (ciclohexiloxi)-acetato de alilo (origen: Dragoco, Holzminden, Alemania)
 13) Origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
 14) Origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
 15) 2-Metoxinaftaleno
 16) 3-(4-*Terc*-butilfenil)-2-metilpropanal (origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza)
 17) Acetato de 2-*Terc*-butil-1-ciclohexil (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.)
 18) 1-(Octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona (origen: International Flavors and Fragrances, EE. UU.)
 19) Pentadecenolida (origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)

5 La distribución logP de los ingredientes presentes en la composición de perfumado se resume en la tabla 10 y las proporciones de la composición de perfumado consistente en ingredientes de cada grupo de alto impedimento estérico 1 a 7, como se describe anteriormente, se resume en la tabla 11. Los porcentajes se definen en peso, con respecto al peso total de la composición de perfumado.

Tabla 10: composición del perfume por logP de ingredientes

LogP	%
logP > 5	5,50
4,5 < logP < 5	13,12
4 < logP < 4,5	59,75
3,5 < logP < 4	3,38
3 < logP < 3,5	8,00
2,5 < logP < 3	10,25
Total	100,00

Tabla 11: composición del perfume por grupo de alto impedimento estérico

Grupo de alto impedimento estérico	%
Grupo 1	13,13
Grupo 2	0,00
Grupo 3	32,25
Grupo 4	17,50
Grupo 5	2,50
Grupo 6	0,62
Grupo 7	12,50
Concentración total de ingredientes en grupos 1 a 7	78,5

(continuación)

Grupo de alto impedimento estérico	%
Concentración total de ingredientes en grupos 3, 4, 6 y 7	62,87

Esta composición de perfumado se encapsuló siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2 y se añadió a un suavizante para ropa concentrado o a un detergente líquido concentrado.

- 5 La base del detergente líquido concentrado estaba disponible en el mercado como Tide® 2x Concentrated HE Free of perfume & dye (marca registrada de Procter and Gamble, EE. UU.).

- 10 La base del suavizante para ropa concentrado se preparó como en el ejemplo 6. Las cápsulas se mezclaron al 1,25 % en el suavizante o el detergente líquido no perfumado y ambos productos se almacenaron durante un mes en hornos a 22 °C o 37 °C antes de analizar por medio de EM-CG la cantidad de perfume filtrado de las cápsulas durante el mes de almacenamiento.

Los resultados de los análisis de EM-CG se resumen en la tabla 12. Los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total del ingrediente en la suspensión de las cápsulas.

Tabla 12: porcentaje de perfume filtrado de las cápsulas a partir de un mes de almacenamiento

Composición de perfumado	% en suavizante para ropa		% en detergente líquido concentrado	
	a 22 °C	a 37 °C	a 22 °C	a 37 °C
Ciclogalbanato	15	82	15	N/D*
Etil 2-metil-pentanoato	48	99	48	99
2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehido	20	40	20	70
Acetato de verdilo	6	10	6	80
γ-Undecalactona	26	100	26	90
Yara yara ¹⁵⁾	61	100	61	100
Propionato de verdilo	5	8	5	51
Dihidroterpineol	13	85	13	N/D*
Óxido de rosa	8	68	8	92
Heptanoato de alilo	46	98	46	100
Acetato de isobornilo	4	12	4	21
δ-Damascona	3	10	3	16
Acetato de terpenilo	3	17	3	37
Lilial®	0	7	0	18
Verdox®	3	8	3	17
Acetato de dihidroterpenilo	2	0	2	16
β-Ionona	3	13	3	27
Acetato de geranilo	10	53	10	77
Iso E super® 18)	2	4	2	9
Aldehido hexilcinámico	2	18	2	46
Habanolide®	0	0	0	0
Abalyn®	0	0	0	0
* Sin datos (no resuelto)				

Como se observa en la composición de perfumado preparada en el ejemplo 3, esos resultados analíticos muestran claramente que la filtración de perfume de un ingrediente dado fuera de la cápsula disminuye al aumentar el logP. Además, para un logP similar, las materias primas incluidas en los grupos 1 a 7 de alto impedimento estérico muestran claramente un índice de filtración reducido frente a materias primas de logP similar no incluidas en esos grupos.

Ejemplo 10

Rendimiento olfativo de las microcápsulas en ropa seca, en el momento en que se emiten de un producto para el consumidor del tipo suavizante

Se encapsuló una composición de perfumado, como se preparó en el ejemplo 9, siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2. Las cápsulas se mezclaron al 1,25 % en la base del suavizante para ropa no perfumado descrito en el ejemplo 6. La concentración final del perfume en la base del suavizante era de 0,5 %. Se preparó una referencia al mezclar al 0,5 % la composición de perfumado libre descrita en el ejemplo 9 con la base del suavizante no perfumado.

La ropa (2,5 kg de toallas de algodón de felpa) se lavó en una máquina de eje horizontal europea estándar (condiciones: 40 °C, ciclo corto, 85 g de detergente de mercado no perfumado Via (origen: Unilever, Suecia)). Se añadieron 35 g de suavizante para ropa preparado recientemente (con o sin cápsulas) al último enjuagado del lavado. Después se puso a secar la ropa. Un panel de 15-20 personas evaluó la intensidad del olor de las toallas de algodón después de 1 día, antes y después del frotado. En una evaluación de prueba a ciegas se pidió al panel que indicara la intensidad del olor de las toallas tratadas con el suavizante para ropa que comprendía las cápsulas, respectivamente con el suavizante para ropa que comprendía perfume libre, en una escala de 0 a 7, correspondiendo 0 a inodoro y correspondiendo 7 a un olor muy intenso.

El análisis sensorial se repitió como se describe más arriba, pero con un suavizante para ropa que se había almacenado a 35 °C durante un mes previo al lavado, en lugar de un suavizante para ropa preparado recientemente.

Los resultados de esta prueba a ciegas se resumen en la tabla 13 más abajo.

Tabla 13: intensidad del olor de las toallas de algodón

Muestra	Muestras recientes		Después de 1 mes	
	1 día de secado		1 día de secado	
	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado
Perfume libre	2,0	2,2	1,8	2,0
Perfume encapsulado	3,5	6,8	2,0	5,1

El rendimiento olfativo era claramente mayor para ropa seca tratada con el suavizante que comprende la composición de perfumado encapsulado cuando se comparó con la ropa tratada con el suavizante que comprende la composición de perfumado libre. El rendimiento olfativo de las toallas tratadas con el suavizante que comprende el perfume encapsulado es buena ya antes del frotado, pero la intensidad del olor se incrementa después del frotado, lo que demuestra que la liberación del perfume de las cápsulas aumenta al frotar las toallas. Se puede observar un claro beneficio con un suavizante para ropa almacenado durante un mes, aún más después del frotado de la ropa.

Ejemplo 11

Rendimiento olfativo de las microcápsulas en ropa seca, en el momento en que se emiten de un producto para el consumidor del tipo detergente líquido concentrado

Se encapsuló una composición de perfumado, como se preparó en el ejemplo 9, siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 2. Las cápsulas se mezclaron al 0,75 % en el detergente líquido concentrado disponible en el mercado no perfumado como Tide® 2x HE Free of perfume & dye (marca registrada de Procter and Gamble, EE. UU.). La concentración final del perfume en la base del detergente era de 0,3 %. Se preparó una referencia al mezclar al 0,3 % la composición de perfumado libre descrita en el ejemplo 3 con la base del detergente no perfumado Tide® 2x HE Free of perfume & dye.

La ropa (2,5 kg de toallas de algodón de felpa) se lavó en una máquina de eje horizontal europea estándar a 40 °C. Se dispensaron 50 g de detergente preparado recientemente (con o sin cápsulas) al comienzo del lavado a través del cajón de detergente. Tras el lavado se puso a secar la ropa y un panel de 15-20 personas evaluó la intensidad del olor de las toallas de algodón después de 1, 3 y 7 días, antes y después del frotado. En una evaluación de prueba a ciegas se pidió al panel que indicara la intensidad del olor de las toallas lavadas con el detergente que

comprendía las cápsulas, respectivamente con el detergente que comprendía perfume libre en una escala de 0 a 7, correspondiendo 0 a sin olor y correspondiendo 7 a un olor muy intenso. Los resultados se presentan en la tabla 14.

Tabla 14: intensidad del olor de las toallas de algodón lavadas con el detergente recién preparado

Muestra	Secado de 1 día		Secado de 3 días		Secado de 7 días	
	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado	Antes de frotado	Después de frotado
Perfume libre	1,8	2,0	2,3	2,8	1,2	1,2
Perfume encapsulado	3,3	4,6	4,4	5,5	4,0	5,3

- 5 Después de 1, 3 y 7 días de secado, el impacto del perfume en la ropa seca lavada con el detergente que comprende la composición de perfumado encapsulado se percibía más intensamente que en la ropa seca lavada con la composición de perfumado libre. Como se remarcó en los ejemplos anteriores, el efecto es incluso mayor después del frotado.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de microcápsulas de poliurea que comprende
- a) disolver al menos un poliisocianato que tiene al menos dos grupos isocianato en un perfume;
b) añadir a la mezcla obtenida en la etapa a) un estabilizador coloidal en forma de una solución acuosa de
- 5 - 0,1 % a 0,4 % de un poli(alcohol vinílico) y
- 0,6 % a 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado,
- estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total del estabilizador coloidal
- c) añadir a la mezcla obtenida en la etapa b) un reactante seleccionado del grupo consistente en sales de guanidina solubles en agua y guanidina para formar una pared de poliurea con el poliisocianato.
- 10 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el poliisocianato comprende al menos tres grupos funcionales isocianato.
3. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** el poliisocianato es un trímero de hexametileno diisocianato, un trímero de isoforona diisocianato o un biuret de hexametileno diisocianato.
- 15 4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el reactante añadido en la etapa c) es carbonato de guanidina.
5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la concentración de perfume es de 28 a 60 % en peso con respecto al peso total de las microcápsulas.
- 20 6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el perfume contiene menos de un 5 % de su propio peso de alcoholes primarios, menos de un 10 % de su propio peso de alcoholes secundarios y menos de un 15 % de su propio peso de alcoholes terciarios.
7. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50 %, más preferentemente al menos un 60 % del perfume consiste en ingredientes de perfumado seleccionados de los siguientes grupos:
- 25 - Grupo 1: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de ciclohexilo, ciclohexenilo, ciclohexanona o ciclohexenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₁ a C₄ lineal o ramificado;
- Grupo 2: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de ciclopentilo, ciclopentenilo, ciclopentanona o ciclopentenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₄ a C₈ lineal o ramificado;
- Grupo 3: ingredientes de perfumado que comprenden un anillo de fenilo o ingredientes de perfumado que
- 30 comprenden un anillo de ciclohexilo, ciclohexenilo, ciclohexanona o ciclohexenona sustituido por al menos un sustituyente alquilo o alquenilo C₅ a C₈ lineal o ramificado o con al menos un sustituyente fenilo y opcionalmente uno o más sustituyentes alquilo o alquenilo C₁ a C₃ lineales o ramificados;
- Grupo 4: ingredientes de perfumado que comprenden al menos dos anillos condensados o enlazados C₅ y/o C₆;
- Grupo 5: ingredientes de perfumado que comprenden una estructura cíclica de tipo alcanfor;
- 35 - Grupo 6: ingredientes de perfumado que comprenden al menos una estructura cíclica C₇ a C₂₀;
- Grupo 7: ingredientes de perfumado que tienen un valor logP superior a 3,5 y que comprenden al menos un *terc*-butilo o al menos un sustituyente triclorometilo.
- estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total del perfume.
- 40 8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** al menos un 30%, preferentemente al menos un 50 %, más preferentemente al menos un 60 % del perfume consiste en ingredientes de perfumado seleccionados de los grupos 3 a 7.
9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado porque** al menos un 30 %, más preferentemente al menos un 50 %, más preferentemente al menos un 60% del perfume consiste en ingredientes de perfumado seleccionados de los grupos 3, 4, 6 o 7.
- 45 10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el perfume comprende al menos un 30 %, preferentemente al menos un 50%, más preferentemente al menos un 60 % de ingredientes de perfumado que tienen un logP superior a 3, preferentemente superior a 3,5, más preferentemente superior a 3,75, estando los porcentajes definidos en peso con respecto al peso total del perfume.
- 50 11. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** el estabilizador coloidal está en forma de una solución acuosa de
- a) 0,15 % a 0,25 % de un poli(alcohol vinílico) y

b) 0,75 % a 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado, estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total del estabilizador coloidal.

12. Microcápsulas de poliurea obtenidas por el procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

5 13. Un producto para el consumidor en forma de producto de cuidado del hogar o personal que comprende microcápsulas como se definen en la reivindicación 12.