

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 398**

51 Int. Cl.:

**C11D 3/50** (2006.01)

**A61Q 13/00** (2006.01)

**A61K 8/11** (2006.01)

**C11B 9/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.08.2013 PCT/EP2013/067121**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.02.2014 WO14029695**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.08.2013 E 13752616 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 2888346**

54 Título: **Procedimiento para mejorar el rendimiento de fragancias encapsuladas**

30 Prioridad:

**21.08.2012 WO PCT/US2012/051725**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**25.05.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BUDIJONO, STEPHANIE;  
OUALI, LAHOUSINE;  
NORMAND, VALERY;  
BILLARD DE SAINT LAUMER, JEAN-YVES y  
ZHANG, SUYING**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 669 398 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 para mejorar el rendimiento de fragancias encapsuladas

### Campo de la Invención

La invención se refiere a composiciones de perfume que comprenden microcápsulas híbridas de fragancia y composiciones de productos de cuidado personal y del hogar que contienen tales microcápsulas junto con agentes tensioactivos y otros ingredientes convencionales.

### Antecedentes de la Invención

Los aditivos de perfume hacen a las composiciones de lavado de ropa más estéticamente agradables al consumidor y, en algunos casos, el perfume confiere una fragancia agradable a los tejidos tratados con el mismo. La cantidad de perfume remanente en los tejidos de un baño acuoso de lavado de ropa es, sin embargo, frecuentemente insignificante. Al encapsular aditivos de perfume en microcápsulas, se puede mejorar la eficiencia de distribución y tiempo de vida activa de los aditivos de perfume. Las microcápsulas proporcionan varias ventajas, tales como proteger a los perfumes de las reacciones físicas o químicas con ingredientes incompatibles en la composición de lavado de ropa y de la volatilización o evaporación. De manera particular, las microcápsulas pueden ser eficaces en la distribución y conservación de perfumes ya que los perfumes se pueden distribuir hacia y retener dentro del tejido mediante una microcápsula que solo se rompe y, por lo tanto, libera el perfume, cuando el tejido está seco. La rotura de las microcápsulas se puede inducir mediante diversos factores, tales como la temperatura, de tal manera que se distribuyen los contenidos cuando se degrada la cápsula. De manera alternativa, las microcápsulas se pueden ver influenciadas por las fuerzas físicas, tales como aplastamiento, u otros procedimientos que influyen en la integridad de las microcápsulas. Adicionalmente, los contenidos de las microcápsulas se pueden distribuir mediante difusión a través de la pared de la cápsula durante un intervalo deseado de tiempo.

Para muchos consumidores resulta importante el aroma asociado a la ropa sometida a lavado de ropa. Existen muchos denominados "puntos de contacto" que los consumidores asocian durante la experiencia de lavado de ropa. Los ejemplos no limitantes de estos puntos de contacto incluyen la experiencia de frescura asociada a la abertura de un recipiente de cuidado de tejidos, la abertura de una lavadora después de lavar la ropa, la abertura de una secadora después de secar la ropa lavada y la frescura asociada a llevar ropas lavadas. Se ha indicado que hay una parte significativa de consumidores que doblarán y guardarán su ropa lavada aproximadamente un día después de haber sometido a lavado de ropa la ropa lavada. La frescura al doblar la ropa lavada aproximadamente un día después de haber sometido a lavado de ropa la ropa lavada también da señales al consumidor de que la ropa lavada está limpia.

Se han propuesto varias composiciones para proporcionar fragancias en diversos "puntos de contacto" del procedimiento de lavado de ropa. Por ejemplo, el documento WO 2011/094681 desvela composiciones suavizantes de tejidos que comprenden dos composiciones encapsuladas de perfume diferentes para proporcionar una experiencia mejorada de lavado de ropa a los consumidores. Cada una de estas dos composiciones encapsuladas de perfume diferentes contiene una mezcla específica de ingredientes de perfume que tienen un punto de ebullición (a presión normal) mayor de 250 °C e ingredientes de perfume que tienen un punto de ebullición menor de 250 °C.

En lugar de usar dos composiciones encapsuladas de perfume diferentes, el documento WO 2011/075353 desvela una composición detergente líquida que comprende un solo tipo de microcápsulas de perfume que contiene dos materias primas de perfume diferentes, con una que tiene un punto de ebullición menor de 250 °C y la otra que tiene un punto de ebullición mayor de 250 °C.

Se ha mostrado que el punto de ebullición de un ingrediente de perfume, que frecuentemente se usa como una indicación de su velocidad de volatilización, no se corresponde con su concentración de umbral de olor, es decir, la concentración más baja del ingrediente de perfume que es perceptible por el sentido humano del olfato. Por lo tanto, la selección de ingredientes de perfume basada solo en propiedades físicas, tales como puntos de ebullición, no siempre proporciona el efecto deseado.

Por tanto, existe la necesidad en la industria de composiciones que comprendan ingredientes de perfume que tengan diferentes propiedades biológicas, tales como concentraciones de umbral de olor, que liberen perfumes en el nivel correcto durante la duración deseada y en puntos de tiempo durante el procedimiento de lavado de ropa para proporcionar a los consumidores una experiencia agradable. También existe la necesidad de mejorar la liberación o difusión de perfume en aplicaciones de cuidado personal. La presente invención satisface esta y otras necesidades de la industria.

### Sumario de la invención

Una realización de la presente invención se refiere a una composición de perfume que comprende una mezcla de microcápsulas que incluye (a) una primera microcápsula de perfume que encapsula un primer aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT mayor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y/o un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire; y (b) una segunda microcápsula

de perfume que encapsula un segundo aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT menor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y/o un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire. También, el compuesto o compuestos en el primer o segundo aceite de perfume, o en ambos, pueden tener cada uno un punto de ebullición de ya sea 250 °C a 450 °C o de 100 °C a 250 °C, tal como se desee, dependiendo de la aplicación. De manera alternativa, el compuesto o compuestos en el primer o el segundo ingredientes de aceite de perfume, o en ambos, tienen cada uno de manera separada un valor de volatilidad de 30 a  $5 \times 10^5$  µg/l de aire.

Preferentemente, la primera o segunda o ambas microcápsulas de perfume tienen una estructura de núcleo/cubierta en las que el material de encapsulación forma la cubierta, mientras que el aceite de perfume forma el núcleo, en el que una de la primera o segunda microcápsulas (a) tiene una pared fabricada a partir de una resina diferente de la otra; (b) tiene una pared que incluye una cantidad de resina o monómero diferente de la otra; o (c) contiene una cantidad de ingrediente de aceite de perfume diferente la otra. De manera alternativa, una microcápsula puede tener una estructura de núcleo/cubierta, mientras que la otra tiene una estructura de matriz para proporcionar diferentes velocidades de liberación del aceite de perfume.

En una realización más preferida, la primera microcápsula contiene el 50 % en peso o menos del primer aceite de perfume con cada compuesto del primer aceite de perfume que tiene de manera separada un punto de ebullición de 250 °C a 450 °C, mientras que la segunda microcápsula contiene el 50 % en peso o más del segundo aceite de perfume con cada compuesto del segundo aceite de perfume que tiene de manera separada un punto de ebullición de 100 °C a 250 °C.

La invención también se refiere al uso de una de las mezclas de microcápsulas desveladas en el presente documento como un ingrediente o composición perfumantes, para productos de cuidado personal o del hogar.

Otra realización de la invención es un producto de consumo en la forma de un producto de cuidado personal o del hogar que incluye una composición de perfume, tal como se describe en el presente documento. Este producto puede estar en la forma de una composición detergente, un suavizante de tejidos, una composición de limpieza de superficies duras o para todos los fines. Este también puede estar en la forma de un champú, un acondicionador de cabello, una espuma, aceite o gel de baño o de ducha, un desodorante o un antitranspirante.

Aún otra realización de la invención es un procedimiento para incrementar la vida útil de un producto de cuidado personal o del hogar que contiene una composición perfumante que comprende proporcionar la composición de perfume como una de las mezclas de microcápsulas desveladas en el presente documento.

### **Breve descripción de los dibujos**

Las Figuras 1A y B son gráficos que muestran los puntos de ebullición (A) y las concentraciones de umbral de olor (B) de los ingredientes de perfume de la técnica anterior.

Las Figuras 2A y B son gráficos que muestran las concentraciones de umbral de olor (A) y los puntos de ebullición (B) de los ingredientes de aceite de perfume usados en las composiciones de la invención.

Las Figuras 3A y B son gráficos que muestran que la concentración de umbral de olor es un parámetro crítico para seleccionar los ingredientes de aceite de perfume para la encapsulación en diferentes tipos de microcápsulas (A), mientras que el punto de ebullición no se corresponde con elecciones adecuadas para la encapsulación (B).

### **Descripción detallada de la invención**

La presente invención actualmente ha determinado una manera mejorada para proporcionar diferentes tiempos de liberación y aromas de materiales de fragancia en diversos productos. Si todas las materias primas de perfume se encapsulan en las mismas microcápsulas, algunos materiales se liberan a una dosificación demasiado alta y esto provoca que el producto huela demasiado funcional y más a la materia prima. También, la división de los compuestos perfumantes de un aceite en diferentes cápsulas según su punto de ebullición se ha encontrado que no es óptimo para proporcionar la mejor distribución y efecto hedónico que se puede esperar del aceite perfumante. Actualmente, se ha descubierto que no es suficiente mezclar simplemente diversas cápsulas para lograr buenos resultados. En cambio, resulta necesario cumplir con un conjunto adecuado de parámetros que van más allá de solo la optimización de la técnica anterior conocida. Estos parámetros incluyen el agrupamiento y selección cuidadosos de diferentes aceites de perfume y la provisión de los mismos en diferentes microcápsulas. Esto abre la gama de perfumería de las fragancias encapsuladas, ampliando el alcance de la creación de fragancias encapsuladas, permitiendo que la fragancia encapsulada huela menos funcional y proporcionando el beneficio de un aroma de fragancia más real o verdadero. También, la percepción del aroma del perfume se mantiene durante un tiempo más prolongado a través del uso de las diferentes microcápsulas de la presente invención.

Las microcápsulas mixtas o híbridas de la invención descrita en el presente documentos se pueden usar como ingredientes perfumantes en productos de consumo del tipo de cuidado personal o del hogar. Este resultado es altamente sorprendente, puesto que los productos de consumo contienen altas cantidades (típicamente más del 10 % de su propio peso) de un tipo específico de agentes tensioactivos/tensioactivos/disolventes y que se sabe que disminuyen de manera significativa la estabilidad y el rendimiento de tales cápsulas. El uso de las microcápsulas

desveladas en el presente documento proporciona una deposición mejorada del perfume en la superficie tratada, junto con una estabilidad mejorada en un entorno químicamente agresivo. En otras palabras, el uso de las cápsulas en diversas aplicaciones proporciona ventajas imprevisibles con respecto al mismo uso de otras cápsulas similares de la técnica anterior.

La presente invención también se refiere al uso de tales microcápsulas en un producto de consumo que está en la forma de un producto de cuidado personal o del hogar. Tales productos pueden ser ya sea un producto sólido o un producto líquido. Según una realización particular, se prefieren los productos líquidos. La expresión "cuidado personal o del hogar" tiene, en el presente documento, el significado habitual en la técnica y, en particular, incluye productos, tales como productos de cuidado corporal, cuidado del cabello o cuidado del hogar. Los ejemplos de productos líquidos según la invención se pueden seleccionar del grupo que consiste en un champú o un acondicionador para el cabello, un detergente líquido, un suavizante de tejidos, una espuma, aceite o gel de baño o de ducha, un desodorante o un antitranspirante. Preferentemente, el producto perfumado líquido es un champú, un detergente líquido, un desodorante o un suavizante de tejidos. Los ejemplos de productos sólidos según la invención se pueden seleccionar del grupo que consiste en una barra de jabón, un detergente en polvo o un ambientador. Como productos detergentes, existen aplicaciones consideradas, tales como composiciones detergentes o productos limpiadores para lavar o para limpiar diversas superficies, por ejemplo, destinados a superficies de productos textiles, de platos o duras (suelos, baldosas, suelos de piedra, etc.). Preferentemente, la superficie es una superficie textil o una superficie dura.

De manera conveniente, la mezcla de microcápsulas se puede usar como tal para perfumar los productos de consumo. Por ejemplo, la mezcla se puede añadir directamente a un producto de consumo en una cantidad del 0,1-30 % en peso, dando como resultado, por ejemplo, un contenido total de perfume de aproximadamente el 0,0333-10 % en peso. Preferentemente, un producto de consumo según la invención comprende de aproximadamente el 0,01 al 4 % en peso, o incluso el 4,5 %, de su propio peso, en cápsulas, tal como se ha definido anteriormente y que contiene los ingredientes de aceite de perfume. Por supuesto, la concentración anterior se puede adaptar según el efecto olfativo deseado en cada producto.

En otra realización, la mezcla de microcápsulas se puede pulverizar en un producto seco, en polvo, tal como un polvo de lavado o detergente en polvo, para conferir la fragancia deseada al mismo. En el área de productos de lavado de ropa, por ejemplo, se ha reconocido durante largo tiempo que la provisión de fragancias en diferentes puntos de tiempo durante el procedimiento de lavado de ropa es deseable. Se han indicado combinaciones de ingredientes de perfume que tienen diferentes puntos de ebullición. El documento WO 2011/094681 desvela que los ingredientes de perfume que tienen un punto de ebullición mayor de 250 °C son importantes para conferir caracteres distintivos, debido a que, en general, son sustantivos en tejido seco, mientras que los ingredientes de perfume con puntos de ebullición menores de 250 °C tienden a separarse del agua en el aire y proporcionan, en general, la proliferación del aroma en el aire.

En la presente invención, se ha encontrado de manera sorprendente que se puede lograr un mejor efecto perfumante mediante el agrupamiento de los ingredientes de aceite de perfume en consideración de sus concentraciones de umbral de olor, en lugar de por puntos de ebullición. La concentración de umbral de olor de un compuesto químico se determina en parte por su forma, polaridad, cambios parciales y masa molecular. Por conveniencia, la concentración de umbral se presenta como el logaritmo común de la concentración de umbral, es decir,  $\text{Log} [\text{Umbral}]$  ("LogT"). Se ha encontrado que los ingredientes de aceite de perfume que tienen un valor LogT mayor de -2,5 necesitan estar presentes a una mayor cantidad para que se perciban que aquellos que tienen un valor LogT menor de -2,5.

Tal como se ha anticipado anteriormente, por cuestiones de claridad, se entiende que por "aceite de perfume" se quiere decir un compuesto perfumante individual o una mezcla de diversos compuestos perfumantes. Además, la frase "aceite de perfume que tiene un LogT mayor de/menor que -2,5" significa que al menos el 80 % de los compuestos individuales, más preferentemente cada compuesto perfumante separado presente en el aceite de perfume, tiene un LogT mayor/menor que -2,5.

También vale la pena mencionar que por "compuesto perfumante" se quiere decir, en el presente documento, un compuesto, que se usa en una preparación perfumante o una composición para conferir un efecto hedónico. En otras palabras, tal compuesto, que se considera como que es uno perfumante, debe ser reconocido por parte de un experto en la materia por ser capaz de conferir o modificar de una manera positiva o agradable el olor de una composición, y no solo por tener un olor.

Tal como se muestra en las Figuras 1A y B, en una muestra de 200 compuestos de perfume previamente indicados que tienen un punto de ebullición de 250 °C o mayor (a tan alto como aproximadamente 450 °C) y un valor LogP mayor de 2,5 (a tan alto como aproximadamente 8, los puntos de datos marcados por cuadrados de color gris), más de la mitad de ellos tienen un valor LogT por debajo de -2,5. De manera similar, entre 200 compuestos perfumantes previamente indicados que tienen un punto de ebullición de 250 °C o menor a tan bajo como 100 °C y un valor LogP mayor de 2,5 (puntos de datos marcados por triángulos de color negro), más de la mitad de ellos tienen un valor LogT mayor de -2,5. LogP es el logaritmo común del coeficiente estimado de división en octanol-agua, que se conoce como una medida de lipofilicidad. Los compuestos perfumantes que tienen un LogP mayor de 2,5 son de

interés particular, puesto que se pueden encapsular fácilmente.

Por el contrario, tal como se muestra en las Figuras 2A y B, el compuesto perfumante que tiene un valor LogT mayor de -2,5 (puntos de datos marcados por círculos de color gris) tiene un patrón de distribución de punto de ebullición similar al compuesto perfumante que tiene un valor LogT menor de -2,5 (puntos de datos marcados por círculos de color negro). Este resultado confirma, además, que no hay correlación entre el punto de ebullición y la concentración de umbral de olor de un compuesto perfumante.

En una realización, la invención proporciona una composición de perfume, tal como se define en la reivindicación 1.

La concentración de umbral de olor de un compuesto perfumante se determina mediante el uso de un cromatógrafo de gases ("CG"). De manera específica, el cromatógrafo de gases se calibra para determinar el volumen exacto del ingrediente de aceite de perfume inyectado por la jeringa, la relación precisa de división y la respuesta de hidrocarburo usando un nivel de hidrocarburo de concentración conocida y distribución conocida de longitud de cadena. El caudal de aire se mide de manera exacta y, asumiendo que la duración de una inhalación humana dura 12 segundos, se calcula el volumen muestreado. Puesto que se conoce la concentración precisa en el detector en cualquier punto en el tiempo, se conoce la masa por volumen inhalado y, por lo tanto, la concentración del compuesto perfumante. Para determinar la concentración de umbral, se distribuyen soluciones al orificio de olfateo en la concentración retro-calculada. Un experto huele el efluente de CG e identifica el tiempo de retención cuando se percibe el olor. El promedio a través de todos los expertos determina la concentración de umbral de olor del compuesto perfumante. La determinación del umbral de olor se describe con más detalle en C. Vuilleumier y col., Multidimensional Visualization of Physical and Perceptual Data Leading to a Creative Approach in 25 Fragrance Development, Perfume & Flavorist, Vol. 33, septiembre de 2008, páginas 54-61. Se proporcionan varios ejemplos en la patente estadounidense 6.458.754 B1. Los valores LogP de muchos compuestos perfumantes se han indicado, por ejemplo, en la base de datos Pomona92, disponible a través de Daylight Chemical Information Systems, Inc. (Daylight CIS), Irvine, Calif., que también contiene citas a la literatura original. Los valores logP se calculan de manera más conveniente mediante el programa "CLOGP", también disponible a través de Daylight CIS. Este programa también desglosa valores logP experimentales cuando están disponibles en la base de datos Pomona92. El "logP calculado" (cLogP) se determina mediante el planteamiento de fragmentos de Hansch y Leo (véase A. Leo, en Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol. 4, C. Hansch, P.G. Sammens, J.B. Taylor y C.A. Ramsden, Eds., pág. 295, Pergamon Press, 1990). El planteamiento de fragmentos se basa en la estructura química de cada ingrediente de aceite de perfume y toma en cuenta los números y tipos de átomos, la conectividad de los átomos y el enlace químico. Los valores cLogP, que son los estimados más fiables y ampliamente usados para esta propiedad fisicoquímica, se usan preferentemente en lugar de los valores LogP experimentales en la selección de compuestos perfumantes que son útiles en la presente invención.

Los ejemplos no limitantes de los compuestos perfumantes comprendidos en el primer aceite de perfume son tal como sigue:

2,6,10-trimetil-9-undecenal  
hexanoato de 2-propenilo  
2-metilbutanoato de cis-3-hexenilo  
decanal  
cis-3-hexenil-metil-carbonato  
nonanal  
9-decen-1-ol  
oxima de metil-3-heptanona  
(2S,5R)-2-isopropil-5-metilciclohexanona  
1,7,7-trimetilbiciclo[2.2.1]heptan-2-ona  
para terc-butilciclohexanona  
acetato de isobornilo  
2-hidroxibenzoato de ciclohexilo  
propionato de alil ciclohexilo  
acetato de dihidroterpenilo  
2,4,6-trimetil-4-fenil-meta-dioxano  
2-heptil-1-ciclopentanona  
(3,4-dihidroxifenil)acetato  
epóxido de trimetil ciclodecatrina  
6-etil-3,10,10-trimetil-4-oxaespíro[4.5]deca-1,6-dieno  
acetato de 4-terc-butil-ciclohexilo.

Los ejemplos no limitantes de los compuestos perfumantes comprendidos en el segundo aceite de perfume son tal como sigue:

1-(1-etoxietoxi)propano  
(2-metilbutoxi)acetato de alilo  
2-(3-metilbutoxi)acetato de prop-2-enilo

- 1-octen-3-ol
- trans-anetol
- 3-(4-terc-butilfenil)propanal
- 2,6-nonadien-1-ol
- 5 [(3,7-dimetil-6-octenil)oxi]-acetaldehído
- lauronitrilo
- 2,4-dimetil-3-ciclohexen-1-carbaldehído
- 1-(2,6,6-trimetil-1,3-ciclohexadien-1-il)-2-buten-1-ona
- 1-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-, (E)-2-buten-1-ona
- 10 gamma-decalactona
- trans-4-decenal
- 2-pentil-ciclopentanona
- 1-(2,6,6-trimetil-3-ciclohexen-1-il)-2-buten-1-ona
- 1,1'-oxibis-benceno
- 15 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il-4-enten-1-ona
- etil-2-metilbutanoato
- 1,3,3-trimetil-2-oxabicyclo[2.2.2]octano
- eugenol
- 3-(3-isopropilfenil)butanal
- 20 2-octinoato de metilo
- 4-(2,6,6-trimetil-1-ciclohexen-1-il-3-buten-2-ona
- 2-metoxi-3-(2-metilpropil)-pirazina
- quinolina de isobutilo
- isoeugenol
- 25 tetrahidro-6-(3-pentenilo)-2H-piran-2-ona.

La determinación de los valores de volatilidad se describe con más detalle en C. Vuilleumier y col., Multidimensional Visualization of Physical and Perceptual Data Leading to a Creative Approach in Fragrance Development, Perfume & Flavorist, Vol. 33, septiembre de 2008, páginas 54-61. Tal como se muestra en la Figura 3A, los ingredientes de aceite de perfume que tienen un logT mayor de -2,5 y un valor de volatilidad mayor de 30 µg/l de aire a tan alto como esté disponible (por ejemplo,  $5 \times 10^5$  µg/l de aire) se encapsulan preferentemente en cápsulas de liberación mecánica o en una capsula más difusiva (por ejemplo, una con una menor cantidad de monómero, o de un diferente monómero). En contraste, para el ingrediente de aceite de perfume que tiene un LogT menor de -2,5 y menores volatilidades (círculos de color negro), se necesita la encapsulación para mejorar la estabilidad de las materias primas en la aplicación base o para evitar la degradación de las materias primas en la base. Se señala que los puntos de ebullición de los ingredientes de aceite de perfume, que no se corresponden con los valores de volatilidad, no proporcionan ninguna información con respecto a las elecciones adecuadas de encapsulación (véase la Figura 3B).

El aceite de perfume de la invención comprende una mezcla de compuestos. Cuando se usa una mezcla de compuestos, al menos el 80 % de los compuestos, preferentemente el 90 %, más preferentemente cada compuesto en la mezcla tiene de manera separada un LogT y cLogP o valor de volatilidad en los intervalos descritos en el presente documento. Según la invención, al menos el 80 % en peso de los compuestos que están encapsulados tienen los LogT y cLogP o valores de volatilidad citados descritos en el presente documento, específicamente, el primer aceite de perfume que tiene un LogT mayor de -2,5 y un Log P mayor de 2,5 y/o un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire, y el segundo aceite de perfume que tiene un LogT menor de -2,5 y un LogP mayor de 2,5 y/o un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire.

En una realización preferida de la invención, la primera, segunda o ambas microcápsulas de perfume tienen una estructura de núcleo/cubierta, en la que el material de encapsulación forma la cubierta, mientras que los ingredientes de aceites de perfume forman el núcleo.

Para los usos preferidos de las microcápsulas en las aplicaciones de cuidado del hogar, en particular, limpiadores para todos los fines, la aplicación de cuidado de tejidos, en particular, las composiciones suavizantes de tejidos, las aplicaciones de cuidado corporal, en particular, las composiciones desodorantes, por ejemplo, diversas mezclas de microcápsulas son deseables. Para estas realizaciones, las primeras microcápsulas de perfume (es decir, aquellas con el ingrediente de aceite perfumante de mayor volatilidad) contienen, en general, un primer aceite de perfume en el que menos del 50 % en peso de sus compuestos o constituyentes de aceite de perfume tienen cada uno un punto de ebullición de 250 °C o mayor, y preferentemente el 40 % o menos a tan bajo como del 1 al 5 %. También, las segundas microcápsulas de perfume (es decir, aquellas con el ingrediente de aceite perfumante de menor volatilidad) contienen, en general, un primer aceite de perfume en el que más del 50 % en peso de sus compuestos o constituyentes de aceite de perfume tienen cada uno un punto de ebullición de 250 °C o menor, y preferentemente el 60 % o más a tanto como del 95 al 100 %.

Las combinaciones anteriores de microcápsulas proporcionan una difusión altamente deseable de los ingredientes de aceites de perfume desde la formulación. También es posible que las primeras microcápsulas de perfume contengan una menor cantidad de compuestos que tienen un punto de ebullición de 250 °C o superior, tal como del

24 al 20 % o menos a tan bajo como del 1 al 5 % en peso con relación al aceite total, dependiendo del ingrediente particular de aceite perfumante que se encapsule. También, las segundas microcápsulas de perfume pueden contener compuestos que tienen un punto de ebullición de 250 °C o menor en cantidades del 65 al 80 % en peso con relación al aceite total, de nuevo dependiendo del aceite particular que se encapsule. El experto, teniendo esta divulgación ante él, puede seleccionar fácilmente los compuestos o la combinación de compuestos más deseable para cualquier aplicación particular mediante ensayo rutinario.

Las cantidades relativas de los dos tipos de cápsulas en una formulación particular pueden variar del 1 al 99 % en peso de un tipo y del 99 al 1 % en peso del otro tipo. De manera más específica, la relación en peso de las dos microcápsulas diferentes está entre 5:1 y 1:5 y preferentemente está entre 3:1 y 1:3. El perfumista puede determinar las mejores combinaciones mediante ensayo rutinario para cualquier producto particular que se va a perfumar. Por ejemplo, en algunas situaciones, puede resultar deseable tener un mayor aroma en la abertura del producto, mientras que, para otras, resulta deseable la liberación retardada de la fragancia, puesto que se puede transferir al cuerpo de la persona, a una superficie que se va a limpiar o a un tejido que se va a someter a lavado de ropa. Y aunque las cantidades de aceite perfumante por peso en las cápsulas se puede variar tal como se ha descrito anteriormente para la aplicación de cuidado de tejidos, en particular, suavizantes de tejidos, las aplicaciones de cuidado del hogar, en particular, el limpiador para todos los fines, y las aplicaciones de cuidado corporal, en particular, los desodorantes, también resulta posible usar cápsulas que solo contienen el aceite perfumante (es decir, que contienen el 100 % en peso del ingrediente de aceite perfumante). Además, el aceite de perfume puede contener en realidad del 0 % al 50 % de otros constituyentes que no son compuestos perfumantes, tales como disolventes (por ejemplo, diisopropil glicol o miristato de isopropilo), estabilizantes, tales como BHT, etc., u otros constituyentes que se incluyen típicamente con tales aceites o constituyentes. De nuevo, un experto puede determinar mejor lo que se necesita para una aplicación o formulación particular.

Otra manera de lograr una liberación deseable de los diferentes aceites perfumantes será proporcionar las primeras microcápsulas con una pared más delgada de cápsula que para las segundas microcápsulas. Cuando el tipo de resina es el mismo, el uso de menos monómero para preparar la resina de microcápsula proporciona, en general, cápsulas de pared más delgada. Una mayor cantidad del monómero crea una menor barrera de permeación, mientras que una menor cantidad proporciona una barrera que se permea más fácilmente. Aún otra manera será variar el tipo de monómero de las dos microcápsulas. Por ejemplo, los monómeros de isocianatos aromáticos TAKENATE® proporcionan una barrera de menos permeación, mientras que los monómeros de isocianatos alifáticos DESMODUR® proporcionan una barrera de más permeación. Además, el aceite de perfume se puede encapsular de diferentes maneras para lograr esta diferencia, tal como por encapsulación de pared sólida (para un mayor efecto de barrera) en comparación con la encapsulación de matriz (para un menor efecto de barrera). El experto puede seleccionar estas diferentes características mediante ensayo rutinario, dependiendo de los ingredientes específicos de aceite de perfume que se van a incluir en las mezclas.

De esta manera, cuando se proporciona una mayor velocidad de difusión por las microcápsulas que contienen el primer aceite de perfume, se perciben fragancias cuando se maneja inicialmente el producto, es decir, la abertura de la botella o envase o cuando se manejan productos que contienen una mezcla de las microcápsulas. Posteriormente, las microcápsulas menos permeables impiden la liberación del segundo aceite perfumante hasta un momento posterior, tal como cuando el producto se usa, por ejemplo, como un detergente o suavizante de tejidos en la lavadora para transferir el aceite perfumante sobre los tejidos que se lavan o en un producto limpiador cuando el producto se aplica para limpiar un suelo, o a un producto de cuidado personal cuando es usado por la persona.

En una realización de la invención, las microcápsulas de perfume que encapsulan el primero y el segundo aceite de perfume tienen una estructura de núcleo/cubierta, en la que el material de encapsulación forma la cubierta, mientras que el aceite de perfume forma el núcleo.

La encapsulación de las composiciones de perfume se puede llevar a cabo en una diversidad de medios que conocen los expertos en la materia. Preferentemente, los ingredientes del aceite de perfume de la invención se encapsulan en una cubierta. La cubierta de la microcápsula para las respectivas primeras y segundas microcápsulas de perfume puede ser la misma o diferente. Las microcápsulas adecuadas de aceite de perfume pueden incluir aquellas descritas en las publicaciones de solicitudes de patente estadounidenses n.º 2003/0215417; 2003/0216488; 2003/0158344; 2003/0165692; 2004/0071742; 2004/0071746; 2004/0072719; 2004/0072720; 2003/0203829; 2003/0195133; 2004/0087477; 2004/00106536; 2008/00305982; y 2009/00247449; y en las patentes estadounidenses n.º 7.119.057; 6.645.479; 6.200.949; 5.145.842; 4.917.920; 4.882.220; 4.514.461; 4.234.627; 4.081.384.

En una realización, la cubierta comprende un copolímero de aminoplasto, tal como melamina-formaldehído o urea-formaldehído o melamina-formaldehído reticulado o melamina-glioxal, o poliurea fabricada a partir de, por ejemplo, pero sin limitación, monómeros basados en isocianato y reticuladores que contienen amina, tales como carbonato de guanidina o guanazol, o cubiertas de poliuretano fabricadas a partir de, por ejemplo, pero sin limitación, poliisocianato y polioles, poliamida, poliéster, etc. Las microcápsulas de poliurea preferidas comprenden 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 de isocianato y al menos un reactivo seleccionado entre el grupo que consiste en una sal de guanidina soluble en agua y guanidina; un estabilizante coloidal; y un perfume encapsulado. El estabilizante

coloidal es una solución acuosa de entre el 0,1 % y el 0,4 % de alcohol polivinílico, entre el 0,6 % y el 1 % de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de un vinilimidazol cuaternizado (todos los porcentajes que se definen en peso con relación al peso total del estabilizante coloidal). Los procedimientos para fabricar estas microcápsulas de poliurea se describen en la solicitud de patente estadounidense 2011/0077188. En otra realización, la microcápsula comprende un material de pared que rodea el aceite de perfume. El experto es capaz de modificar las propiedades de liberación de las microcápsulas mediante una diversidad de maneras. La permeabilidad de la pared se puede variar mediante la utilización de diferentes tipos de resinas o monómeros, diferentes cantidades de tales materiales, o mediante diferentes espesores de pared de los mismos materiales. El experto, teniendo esa divulgación ante él, puede seleccionar fácilmente la mayoría de las estructuras y permeabilidades de microcápsula para cualquier aplicación particular mediante ensayo rutinario.

En un aspecto, al menos el 75 %, el 85 % o incluso el 90 % de las microcápsulas pueden tener un tamaño de partícula de aproximadamente 1 micrómetro a aproximadamente 100 micrómetros, de aproximadamente 5 micrómetros a 80 micrómetros, de aproximadamente 5 micrómetros a aproximadamente 50 micrómetros, o incluso de aproximadamente 5 micrómetros a aproximadamente 40 micrómetros. En otro aspecto, al menos el 75 %, el 85 % o incluso el 90 % de las microcápsulas pueden tener un espesor de pared de partícula de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 250 nm, de aproximadamente 30 nm a aproximadamente 180 nm, o incluso de aproximadamente 40 nm a aproximadamente 120 nm.

En un aspecto, dicho material de pared de microcápsula puede comprender cualquier resina adecuada y que incluye especialmente melamina, glioxal, poliurea, poliuretano, poliamida, poliéster, etc. Las resinas preferidas incluyen el producto de reacción de un aldehído y una amina, los aldehídos adecuados incluyen formaldehído. Las aminas adecuadas incluyen melamina, urea, benzoguanamina, glicolurilo y mezclas de los mismos. Las melaminas adecuadas incluyen metilol-melamina, metilol-melamina metilada, imino-melamina y mezclas de los mismos. Las ureas adecuadas incluyen dimetilol-urea, dimetilol-urea metilada, urea-resorcinol y mezclas de los mismos. Los materiales adecuados para la fabricación se pueden obtener a partir de una o más de las siguientes compañías Solutia Inc. (St Louis, Missouri, EE.UU.), Cytec Industries (West Paterson, Nueva Jersey, EE.UU.), Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri, EE.UU.). Se ha encontrado que resulta posible preparar microcápsulas que comprenden un copolímero o terc-polímero de aminoplasto de melamina-formaldehído que contiene restos de poliol y especialmente restos de poliol aromático. Por lo tanto, se proporcionan microcápsulas que comprenden un núcleo de perfume y una cubierta de polímero de aminoplasto, siendo la composición de la cubierta del 75-100 % de una resina termoendurecible que comprende el 50-90 %, preferentemente del 60-85 % de un copolímero y del 10-50 %, preferentemente del 10-25 % de un estabilizante polimérico; el copolímero que comprende: (a) del 20-60 %, preferentemente el 30-50 % de restos derivados de al menos una poliamina, (b) del 3-50 %, preferentemente el 5-25 % de restos derivados de al menos un poliol aromático; y (c) del 20-70 %, preferentemente el 40-60 % de restos seleccionados entre el grupo que consiste en restos de alquilenol y alquilenoxi que tienen de 1 a 6 unidades de metileno, preferentemente de 1 a 4 unidades de metileno y lo más preferentemente una unidad de metileno, dimetoxi-metileno y dimetoxi-metileno.

Por "resto" se quiere decir una entidad química, que es parte del polímero y que se deriva de una molécula particular. El ejemplo de restos adecuados de poliamina incluye, pero sin limitación, aquellos derivados de urea, melamina, 3-sustituida-1,5-30-diamino-2,4,6-triazina y glicourilo. Los ejemplos de restos adecuados de poliol aromático incluyen, pero sin limitación, aquellos derivados de fenol, 3,5-dihidroxi-tolueno, bisfenol A, resorcinol, hidroquinona, xilenol, polihidroxi-naftaleno y polifenoles producidos por la degradación de celulosa y ácidos húmicos.

El uso del término "derivado de" no significa necesariamente que el resto en el co-polímero se derive directamente de la propia sustancia, aunque este puede ser (y frecuentemente es) el caso. En realidad, uno de los procedimientos más convenientes para preparar el co-polímero comprende el uso de poliaminas alquiloladas como materiales de partida; estas combinan en una única molécula ambos restos (a) y (c) mencionados anteriormente en el presente documento. Las poliaminas alquiloladas adecuadas abarcan mezclas de poliaminas mono- o poli-alquiloladas, que a su vez se pueden alquilar parcialmente con alcoholes que tienen de 1 a 6 unidades de metileno. Las poliaminas alquiladas especialmente adecuadas en aras de la presente invención incluyen pre-condensados de mono- y poli-metilol-urea, tales como aquellos comercialmente disponibles con la marca comercial URAC® (de Cytec Technology Corp.) y/o pre-condensados de mono- y poli-metilol-1,3,5-triamino-2,4,6-triazina parcialmente metilados, tales como aquellos comercialmente disponibles con la marca comercial CYMEL® (de Cytec Technology Corp.) o LURACOLL® (de BASF), y/o pre-condensados de mono- y poli-alquilol-benzoguanamina, y/o pre-condensados de mono- y poli-alquilol-glicourilo. Estas poliaminas alquiloladas se pueden proporcionar en formas parcialmente alquiladas, obtenidas por adición de alcoholes de cadena corta que tienen típicamente 1 a 6 unidades de metileno. Se sabe que estas formas parcialmente alquiladas son menos reactivas y, por lo tanto, más estables durante el almacenamiento. Las poli-alquilol-poliaminas preferidas son poli-metilol-melaminas y poli-metilol-1-(3,5-dihidroxi-metilbencil)-3,5-triamino-2,4,6-triazina.

Se puede usar un estabilizante polimérico para prevenir que las microcápsulas se aglomeren, actuando de este modo como un coloide protector. Este se añade a la mezcla de monómero antes de la polimerización y esto da como resultado que se retengan parcialmente por el polímero. Los ejemplos particulares de estabilizantes poliméricos adecuados incluyen copolímeros acrílicos que tienen grupos sulfonato, tales como aquellos comercialmente disponibles con la marca comercial LUPASOL® (de BASF), tal como LUPASOL® PA 140 o LUPASOL® VFR;



copolímeros de acrilamida y ácido acrílico, copolímeros de acrilatos de alquilo y N-vinilpirrolidona, tales como aquellos disponibles con la marca comercial LUVISKOL® (por ejemplo, LUVISKOL® K 15, K 30 o K 90 de BASF); policarboxilatos de sodio (de Polyscience Inc.) o poli(estireno-sulfonato) sódico (de Polyscience Inc.); copolímeros de metil-vinil-éter-anhídrido maleico y vinilo (por ejemplo, AGRIMER® n.º 8482 o VEMA® n.º 8482), y copolímeros de etileno, isobutileno o estireno-anhídrido maleico. Por tanto, los estabilizantes poliméricos preferidos son poli-electrolitos aniónicos.

Las microcápsulas del tipo descrito anteriormente en el presente documento se fabrican en la forma de una suspensión acuosa, que tienen típicamente del 20 al 50 % de contenido de sólidos, y más típicamente del 30 al 45 % de contenido de sólidos, en la que el término "contenido de sólidos" se refiere al peso total de las microcápsulas. La suspensión puede contener adyuvantes de formulación, tales como hidrocoloides de control de viscosidad y estabilización, biocidas y eliminadores adicionales de formaldehído.

Típicamente, se usan hidrocoloides o emulsionantes durante el procedimiento de emulsión de un perfume. Tales coloides mejoran la estabilidad de la suspensión contra la coagulación, sedimentación y batido. El término "hidrocoloide" se refiere a una clase amplia de polímeros solubles en agua o dispersables en agua que tienen carácter aniónico, catiónico, zwitteriónico o no iónico. Estos hidrocoloides o emulsionantes pueden comprender un resto seleccionado entre el grupo que consiste en carboxi, hidroxilo, tiol, amina, amida y combinación de los mismos. Los hidrocoloides útiles en aras de la presente invención abarcan: policarbohidratos, tales como almidón, almidón modificado, dextrina, maltodextrina y derivados de celulosa, y sus formas cuaternizadas; gomas naturales, tales como ésteres de alginato, carragenina, xantanos, agar-agar, pectinas, ácido péctico, y gomas naturales, tales como goma arábiga, goma de tragacanto y goma de karaya, gomas de guar y gomas de guar cuaternizadas; gelatina, hidrolizados de proteína y sus formas cuaternizadas; polímeros y copolímeros sintéticos, tales como poli(vinil pirrolidona-co-acetato de vinilo), poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo), poli(ácido (met)acrílico), poli(ácido maleico), poli(alquil(met)acrilato-co-ácido (met)acrílico), poli(ácido acrílico-ácido comaleico)copolímero, poli(alquilenol óxido), poli(vinilmetil éter), poli(viniléter-co-anhídrido maleico), y similares, así como poli-(etilenimina), poli((met)acrilamida), poli(alquilenol óxido-co-dimetilsiloxano), poli(amino dimetilsiloxano), y similares, y sus formas cuaternizadas. En un aspecto, el emulsionante puede tener un pKa de menos de 5, preferentemente mayor de 0, pero menor de 5. Los emulsionantes incluyen copolímeros de ácido acrílico-acrilato de alquilo, poli(ácido acrílico), ésteres grasos de polioxialquilenol sorbitán, anhídridos de co-carboxi de polialquilenol, anhídridos co-maleicos de polialquilenol, poli(metil vinil éter-anhídrido co-maleico), poli(butadieno anhídrido co-maleico) y poli(acetato de vinilo-anhídrido co-maleico), alcoholes polivinílicos, polialquilenol glicoles, polioxialquilenol glicoles y mezclas de los mismos. Lo más preferentemente, el hidrocoloide es ácido poliacrílico o ácido poliacrílico modificado. El pKa de los coloides está preferentemente entre 4 y 5 y, por lo tanto, la cápsula tiene una carga negativa cuando la suspensión de PMC tiene un pH por encima de 5,0.

Las microcápsulas comprenden preferentemente una relación nominal en masa de cubierta respecto a núcleo menor del 15 %, preferentemente menor del 10 % y lo más preferentemente menor del 5 %. Por lo tanto, las microcápsulas pueden tener cubiertas extremadamente delgadas y frágiles. La relación de cubierta respecto a núcleo se obtiene al medir la cantidad eficaz de microcápsulas encapsuladas de perfume que se han lavado previamente con agua y separado por filtración. Esto se logra al extraer la torta húmeda de la microcápsula por extracción con disolvente mejorada con microondas y posterior análisis cromatográfico por gases del extracto.

Preferentemente, el perfume se encapsula dentro de una cápsula de resina de cualquiera de los tipos mencionados en el presente documento. Para una cápsula de aminoplasto, por ejemplo, la cubierta de la cápsula comprende un polímero de urea-formaldehído o melamina-formaldehído. Más preferentemente, la microcápsula se reviste adicionalmente o se reviste parcialmente en un segundo polímero que comprende un polímero o copolímero de uno o más anhídridos (tales como anhídrido maleico o copolímero de etileno/anhídrido maleico).

Las microcápsulas de la presente invención se pueden cargar de manera positiva o negativa. Se prefiere que las microcápsulas de la presente invención se carguen de manera negativa y, sin embargo, tienen un potencial zeta de -0,1 meV a -100 meV, cuando se dispersan en agua desionizada. Por "potencial zeta" (z) se quiere decir el potencial electrostático aparente generado por cualquier objeto eléctricamente cargado en solución, tal como se mide por técnicas específicas de medición. El potencial zeta de un objeto se mide a cierta distancia de la superficie del objeto y, en general, no es igual a ni menor que el potencial electrostático en la superficie del mismo. Sin embargo, su valor proporciona una medida adecuada de la capacidad del objeto para establecer interacciones electrostáticas con otros objetos presentes en la solución, especialmente con moléculas con múltiples sitios de unión. El potencial zeta es una medición relativa y su valor depende de la manera en que se mide. En el presente caso, el potencial zeta de las microcápsulas se mide con el llamado procedimiento de dispersión de la luz de análisis de fase, usando un equipo Malvern Zetasizer (Malvern Zetasizer 3000; Malvern Instruments Ltd; Worcestershire Reino Unido, WR14 1XZ). El potencial zeta de un objeto dado también puede depender de la cantidad de iones presentes en la solución. Los valores del potencial zeta especificados en la presente solicitud se miden en agua desionizada, en la que solo están presentes los contraiones de las microcápsulas cargadas. Más preferentemente, las microcápsulas de la presente invención tienen potencial zeta de -10 meV a -80 meV, y lo más preferido de -20 meV a -75 meV.

En la técnica se describen procedimientos para elaborar microcápsulas, tales como aquellos desvelados en las patentes estadounidenses n.º 6.592.990 y 6.544.926. La composición que resulta de este procedimiento de

fabricación es una suspensión. La suspensión comprende microcápsulas, agua y materiales precursores para elaborar las microcápsulas. La suspensión puede comprender otros ingredientes menores, tales como un activador para el procedimiento de polimerización y/o un tampón de pH. A la suspensión, se puede añadir un eliminador de formaldehído.

- 5 La composición de perfume de la presente invención puede comprender otros ingredientes seleccionados entre la lista de ingredientes opcionales expuestos más adelante. A menos que se especifique más adelante en el presente documento, una "cantidad eficaz" de un adjunto particular de lavado de ropa es preferentemente del 0,01 %, más preferentemente del 0,1 %, incluso más preferentemente del 1 % al 20 %, más preferentemente hasta el 15 %, incluso más preferentemente hasta el 10 %, todavía incluso más preferentemente hasta el 7 %, lo más preferentemente hasta el 5 % en peso de las composiciones detergentes.

#### Especies iónicas

Las composiciones de la presente invención comprenden preferentemente una especie iónica que tiene al menos 2 sitios aniónicos. La especie iónica se cree además, en algunos casos, que se sirve de la ayuda de una interacción con cationes e iones en la composición.

- 15 En un aspecto de la invención, la especie iónica se selecciona entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos, policarboxilato, fosfato, fosfonato, polifosfato, polifosfonato, borato y mezclas de los mismos, que tienen 2 o más sitios aniónicos.

En un aspecto, la especie iónica se selecciona entre el grupo que consiste en ácido oxidisuccínico, ácido aconítico, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido málico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido sepácico, ácido citacónico, ácido adípico, ácido itacónico, ácido dodecanoico y mezclas de los mismos.

En un aspecto adicional de la presente invención, la composición comprende una especie iónica que se selecciona entre el grupo que consiste en homopolímeros de ácido acrílico y copolímeros de ácido acrílico y ácido maleico y mezclas de los mismos.

- 25 En un aspecto preferido de la presente invención, la composición comprende iones positivamente cargados que comprenden al menos 2 sitios catiónicos. En un aspecto de la invención, el ion positivamente cargado se selecciona entre iones de calcio, magnesio, hierro, manganeso, cobalto, cobre, zinc y mezclas de los mismos.

La especie iónica que tiene al menos dos sitios aniónicos está presente en la composición de tal manera que proporciona una concentración iónica mayor de 0,045 mol/kg. Más preferentemente, la concentración iónica distribuida por la especie iónica que tienen al menos 2 sitios aniónicos es de 0,05 a 2 mol/kg, más preferentemente de 0,07-0,5 mol/kg. Se calcula la concentración iónica por la ecuación:

$$\text{Concentración iónica} = \frac{1}{2} \sqrt{\sum (C_i Z_i^2)}$$

en la que  $C_i$  = concentración de especie iónica en producto terminado (mol/kg),  $z$  es la carga para la especie iónica.

#### Eliminador de formaldehído

- 35 Las composiciones de la presente invención comprenden preferentemente un eliminador de formaldehído. Los eliminadores de formaldehído se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en acetoacetamida, hidróxido de amonio, sulfito o bisulfito de metal alcalino o alcalinotérreo, y mezclas de los mismos. Lo más preferentemente, el eliminador de formaldehído es una combinación de sulfito de potasio y acetoacetamida. El eliminador de formaldehído según la presente invención está presente a un nivel total del 0,001 % a aproximadamente el 3,0 %, más preferentemente de aproximadamente el 0,01 % a aproximadamente el 1 %.

#### Agente nacarado

- 40 En una realización de la presente invención, la composición puede comprender un agente nacarado. Los agentes nacarados inorgánicos preferidos incluyen aquellos seleccionados entre el grupo que consiste en mica, mica revestida con óxido metálico, mica revestida con sílice, mica revestida con oxiclورو de bismuto, oxiclورو de bismuto, miristato de miristilo, vidrio, vidrio revestido con óxido metálico, guanina, purpurina (poliéster o metálica) y mezclas de los mismos.

#### Agentes de beneficio

- 50 Las composiciones de la presente invención pueden comprender agentes de beneficio. Tal como se usa en el presente documento, "agente de beneficio" se refiere a cualquier material que pueda proporcionar beneficios a la superficie o tejido al que se aplica. Como ejemplo, los beneficios de cuidado de tejidos incluyen suavizante de tejidos, protección de color, reducción de bolitas/pelusa, antiabrasión, antiarrugas y similares para prendas y tejidos, particularmente sobre tejidos y prendas de algodón y de alto contenido de algodón, cuando está presente en la

prenda/el tejido una cantidad adecuada del material. Los ejemplos no limitantes de tales agentes de beneficio incluyen agentes tensioactivos catiónicos, siliconas, ceras de poliolefina, látex, derivados oleosos de azúcar, polisacáridos catiónicos, poliuretanos, ácidos grasos y mezclas de los mismos.

#### Enzimas deterativas

- 5 Las enzimas deterativas adecuadas para su uso opcional en el presente documento incluyen proteasa, amilasa, lipasa, celulasa, carbohidrasa, incluyendo mananasa y endoglucanasa, y mezclas de las mismas. Se pueden usar enzimas a sus niveles enseñados en la técnica, por ejemplo, a los niveles recomendados por proveedores, tales como Novo y Genencor. Los niveles típicos en las composiciones son de aproximadamente el 0,0001 % a aproximadamente el 5 %. Cuando están presentes las enzimas, se pueden usar a niveles muy bajos, por ejemplo, desde aproximadamente el 0,001 % o menor, en determinadas realizaciones de la invención; o se pueden usar en formulaciones detergentes de lavado de ropa pesado de acuerdo con la invención en mayores niveles, por ejemplo, aproximadamente el 0,1 % y superior. De acuerdo con una preferencia de algunos consumidores de detergentes "no biológicos", la presente invención incluye tanto realizaciones que contienen enzimas como libres de enzimas.

#### Adyuvante de deposición

- 15 Tal como se usa en el presente documento, "adyuvante de deposición" se refiere a cualquier polímero catiónico o anfotérico o combinación de polímeros catiónicos y anfotéricos que mejoran de manera significativa la deposición del agente de beneficio de cuidado de tejidos sobre el tejido durante el lavado de ropa o en otras aplicaciones en las que el ingrediente de aceite de perfume se va a transferir a una superficie o tejido. Preferentemente, el adyuvante de deposición, cuando está presente, es un polímero catiónico o anfotérico.

#### Modificador de reología

- 20 En una realización preferida de la presente invención, la composición comprende un modificador de reología. En general, el modificador de reología comprenderá del 0,01 % al 1 % en peso, preferentemente del 0,05 % al 0,75 % en peso, más preferentemente del 0,1 % al 0,5 % en peso, de las composiciones del presente documento. Los modificadores de reología preferidos incluyen modificadores de reología que contienen hidroxilo, cristalinos, incluyendo aceite de ricino y sus derivados, poliácido, pectina, alginato, arabinogalactano (goma arábiga), carragenina, goma gellan, goma de xantano, goma guar y mezclas de los mismos.

#### Adyuvante de detergencia

- 30 Las composiciones de la presente invención pueden comprender, opcionalmente, un adyuvante de detergencia. Los adyuvantes de detergencia adecuados incluyen adyuvantes de detergencia de policarboxilato, adyuvantes de detergencia de citrato, aminocarboxilatos que contienen nitrógeno, libres de fósforo, incluyendo ácido etilén diamina disuccínico y sales del mismo (disuccinatos de etilén diamina, EDDS), ácido etilén diamina tetraacético y sales del mismo (tetraacetatos de etilén diamina, EDTA), y ácido dietilén triamina penta acético y sales del mismo (penta acetatos de dietilén triamina, DTPA) y sales solubles en agua de homo- y co-polímeros de ácidos carboxílicos alifáticos, tales como ácido maleico, ácido itacónico, ácido mesacónico, ácido fumárico, ácido aconítico, ácido citracónico y ácido metilénmalónico.

- 35 La composición de perfume de la invención es útil en productos de consumo en los que son deseables liberaciones de perfume en diferentes puntos de tiempo. En una realización preferida, la invención proporciona una composición de limpieza y de lavado de ropa que comprende la composición de perfume de la invención y un ingrediente deterativo. Preferentemente, la composición de limpieza y de lavado de ropa se selecciona entre el grupo que consiste en una composición detergente, una composición de limpieza de superficies duras, y una composición de lavavajillas. La invención también proporciona un procedimiento para elaborar tal composición de limpieza y de lavado de ropa, que comprende la etapa de combinar la composición de perfume de la invención, por medios seleccionados entre pulverización, mezclado en seco, y mezclas de los mismos, con el ingrediente deterativo.

- 40 Lo más preferentemente, la composición de limpieza y de lavado de ropa es una composición suavizante o detergente de tejidos. Los ejemplos típicos de la composición suavizante o detergente de tejidos en la que se puede incorporar la composición perfumante de la invención se describen en el documento WO 97/34986 o en las patentes estadounidenses n.º 4.137.180 y 5.236.615 o EP 799.885. Otras composiciones suavizantes y detergentes típicas que se pueden usar se describen en trabajos, tales como Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A8, páginas 315-448 (1987) y Vol., páginas 747-817 (1994); Flick, Advanced Cleaning Product Formulations, Noye Publication, Park Ridge, N.J. (1989); Showell, in Surfactant Science Series, Vol. 71: Powdered Detergents, Marcel Dekker, Nueva York (1988); Proceedings of the World Conference on Detergents (4ª, 1998, Montreux, Suiza), AOCS print.

- 45 Otra ventaja de la invención es que la preparación de mezclas de microcápsulas, tal como se desvela en el presente documento, da como resultado efectos beneficiosos en la retención de los ingredientes de aceites de perfume en las microcápsulas con el paso del tiempo. De esta manera, se reduce el procedimiento de envejecimiento de las microcápsulas, de tal manera que las microcápsulas o productos que las contienen se pueden almacenar con el paso del tiempo durante períodos más prolongados, en comparación con otras formulaciones de microcápsulas que

no se preparan tal como se señalan en el presente documento. De esta manera, la presente invención incrementa la vida útil de productos de cuidado personal o del hogar que contienen estas mezclas de microcápsulas.

#### Rendimiento de las cápsulas

- 5 El rendimiento de las presentes microcápsulas se puede determinar por evaluaciones y mediciones olfativas (véase el Ejemplo 1), así como por procedimientos analíticos (espacio libre superior) (véanse los Ejemplos 2-4).

10 En el caso de evaluaciones olfativas, el procedimiento de medición se inicia con la determinación de la intensidad de un aceite perfumante olido por los expertos (que se llama intensidad percibida). Esto se hace en una sesión en la que los expertos clasifican la intensidad del ingrediente estudiado en cuatro concentraciones diferentes elegidas entre su valor de volatilidad y  $10^{-6}$  µg/l de aire, que corresponde a un valor de umbral bajo. Las clasificaciones para estas cuatro etapas de concentración inicial sirven como base para la elección de los siguientes cuatro niveles de concentración usados en un segundo experimento, y de esta manera abarcan el dominio de concentración supraliminal en el que la intensidad cambia de manera notable con la concentración. Después, se ajustan los puntos experimentales a una curva sigmoideal usando un retroceso no lineal de la siguiente forma:

$$\text{Intensidad} = I_{\text{Max}} \frac{1}{1 + \left( \text{Exp}(-\text{ParámetroCurvaI} \cdot (\text{LOG}(\text{Conc.}) - \text{TetalI})) \right)}$$

- 15 Una curva sigmoideal se define por 3 parámetros. Estos son Imáx (el valor asintótico de la intensidad percibida), Tetal (el valor logarítmico de la concentración gaseosa que corresponde al punto de inflexión de la curva) y el Parámetro Curva I. Este último se relaciona al valor tangente, PendienteI, a la concentración Tetal por la siguiente ecuación:

$$\text{PendienteI} = \frac{\text{ParámetroCurvaI} \cdot I_{\text{Max}}}{4}$$

- 20 Una pendiente pronunciada puede sugerir que el ingrediente de perfumería es más sensible a la dosificación aplicada en una fragancia, lo que conduce a una rápida disminución de la intensidad si cae la concentración. Una disminución en la concentración es típicamente la situación para la pérdida de fragancia durante las operaciones de lavado, enjuague y secado para productos de cuidado personal o de lavado de ropa. Las curvas de Dosis-Respuesta son útiles para la predicción de una intensidad percibida basada en una concentración en fase gaseosa.

#### Ejemplos

- 25 Los siguientes ejemplos no limitantes son ilustrativos de la presente invención.

#### **Ejemplo 1**

##### Microcápsulas de referencia

Composición del aceite:

| Ingrediente                              | Cantidad (%) | clogP | Punto de ebullición (°C) |
|------------------------------------------|--------------|-------|--------------------------|
| Alcanfor                                 | 2,62         | 22,50 | 204                      |
| Mentona                                  | 1,57         | 3,46  | 213                      |
| Metilhexilcetona                         | 0,21         | 2,60  | 164                      |
| Acetato de isobornilo                    | 10,48        | 4,13  | 226                      |
| Acetato de linalilo                      | 2,10         | 4,04  | 229                      |
| Acetato de terpenilo                     | 5,24         | 4,73  | 239                      |
| Dihidromircenol                          | 10,48        | 3,21  | 191                      |
| cis-2-metil-4-propil-1,3-oxatiano        | 0,10         | 2,35  | 209                      |
| Aldehído MNA                             | 3,14         | 5,01  | 242                      |
| Alil amil glicolato                      | 2,10         | 2,79  | 218                      |
| delta Damascona                          | 0,52         | 4,13  | 192                      |
| Eucaliptol                               | 5,24         | 3,31  | 174                      |
| Alil (ciclohexiloxi)-acetato             | 1,05         | 2,62  | 255                      |
| Metil iononas                            | 2,10         | 4,83  | 276                      |
| neobutenone® <sup>1)</sup> alfa          | 1,05         | 3,89  | 258                      |
| 2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído | 1,05         | 2,34  | 200                      |
| Cetalox® <sup>2)</sup>                   | 0,52         | 5,83  | 277                      |
| ISO® <sup>3)</sup> E Super               | 10,48        | 5,24  | 294                      |
| Lilial® <sup>4)</sup>                    | 15,72        | 3,90  | 280                      |
| Metilnaftilcetona                        | 0,52         | 2,50  | 297                      |

(continuación)

| Ingrediente               | Cantidad (%) | clogP | Punto de ebullición (°C) |
|---------------------------|--------------|-------|--------------------------|
| Hedione® <sup>5)</sup>    | 5,24         | 2,92  | 309                      |
| Musgo cristal             | 0,10         | 3,22  | 328                      |
| Habanolide® <sup>6)</sup> | 4,19         | 5,61  | 366                      |
| Cashmeran® <sup>7)</sup>  | 2,10         | 3,65  | 278                      |
| Cedrenol                  | 1,57         | 4,33  | 280                      |

1) 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona; origen: Firmenich SA  
 2) dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametil-nafto[2,1-b]furano; origen: Firmenich SA  
 3) 1-(octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-1-etanona; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.  
 4) 3-(4-terc-butilfenil)-2-metilpropanal; origen: Givaudan SA, Vernier, Suiza  
 5) metil dihidrojasmonato; origen: Firmenich SA  
 6) pentadecenolida; origen: Firmenich SA  
 7) 1,2,3,5,6,7-hexahidro-1,1,2,3,3-pentametil-4-indenona; origen: International Flavors & Fragrances, EE.UU.

Fabricación de microcápsulas de referencia

Todos los ingredientes del aceite se encapsularon en la misma cápsula, independientemente de los valores ODT.

- 5 Se disolvieron 4,38 g de TAKENATE® D 110N (de Mitsui Chemicals) en 40 g del aceite de perfume descrito anteriormente. Esta fase de aceite se introdujo en un vaso de precipitados de 150 ml equipado con un agitador con raspador y un sistema de rotor/estator Ika (6.500-24.000 rpm). La fase de aceite se agitó a 50 rpm con el agitador con raspador durante 5 minutos.
- 10 Una solución acuosa de estabilizante al 1 % en peso, con relación al peso total de la solución de estabilizante, se preparó mediante la disolución del alcohol polivinílico (MOWIOL® 18-88 de Fluka) en 50,8 g de agua desionizada.
- Después, se preparó una emulsión mediante la homogenización de la fase de perfume en la fase acuosa con el sistema Ika-digital Ultra-Turax durante 3 minutos a 24.000 rpm. La solución de emulsión resultante se introdujo en un reactor de 100 ml a temperatura ambiente y la agitación se ajustó a 500 rpm.
- 15 Después, una solución de 0,90 g de carbonato de guanidina en 2,7 g de agua desionizada se añadió al reactor durante una hora a temperatura ambiente. La temperatura de reacción se elevó a 50 °C durante 30 minutos, a 70 °C durante los siguientes 30 minutos y se mantuvo a 70 °C durante las siguientes 2 horas. La reacción se enfrió a temperatura ambiente durante 30 minutos.
- 20 En este lote, se usaron 12 mmol de isocianato y 20 mmol de amina como la resina para encapsular 40 g de aceite. Con esta composición, los compuestos con alto ODT están presentes en el espacio libre superior a una cantidad tan alta que provoca una nota de sobrealimentación, y los compuestos con bajo ODT no están presentes en el espacio libre superior a una cantidad suficiente y, de esta manera, no son perceptibles.

Cápsulas según la invenciónPrimeras microcápsulas:

Composición del primer aceite perfumante (log T> -2,5):

| Compuesto perfumante              | Cantidad (%) | clogP | Punto de ebullición (°C) |
|-----------------------------------|--------------|-------|--------------------------|
| Alcanfor                          | 7,6          | 2,50  | 204                      |
| Mentona                           | 4,6          | 3,46  | 213                      |
| Metilhexilcetona                  | 0,6          | 2,60  | 164                      |
| Acetato de isobornilo             | 30,5         | 4,13  | 226                      |
| Acetato de linalilo               | 6,1          | 4,04  | 229                      |
| Acetato de terpenilo              | 15,2         | 4,73  | 239                      |
| Dihidromircenol                   | 30,5         | 3,21  | 191                      |
| cis-2-metil-4-propil-1,3-oxatiano | 0,3          | 2,35  | 209                      |

Fabricación de las primeras microcápsulas

Se disolvieron 1,15 g de DESMODUR® N 100 en 40 g del primer aceite de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en un vaso de precipitados de 150 ml equipado con un agitador con raspador y un sistema de rotor/estator Ika (6.500-24.000 rpm). La fase de aceite se agitó a 50 rpm con el agitador con raspador durante 5 minutos.

- 30 Una solución acuosa de estabilizante al 1 % en peso, con relación al peso total de la solución de estabilizante, se preparó mediante la disolución del alcohol polivinílico (MOWIOL® 18-88) en 50,8 g de agua desionizada.

Después, se preparó una emulsión mediante la homogenización de la fase de perfume en la fase acuosa con el sistema Ika-digital Ultra-Turax durante 3 minutos a 24.000 rpm. La solución de emulsión resultante se introdujo en un reactor de 100 ml a temperatura ambiente y la agitación se ajustó a 500 rpm.

- 5 Después, una solución de 0,45 g de carbonato de guanidina en 2,7 g de agua desionizada se añadió al reactor durante una hora a temperatura ambiente. La temperatura de reacción se elevó a 50 °C durante 30 minutos, a 70 °C durante los siguientes 30 minutos y se mantuvo a 70 °C durante las siguientes 2 horas. La reacción se enfrió hasta temperatura ambiente durante 30 minutos. La cápsula se fabricó con 6 mmol (1,15 g) de isocianato y 10 mmol (0,45 g) de amina para encapsular 40 g de aceite. Por lo tanto, la relación en peso de resina respecto a aceite es de 1:25.

#### 10 Segundas microcápsulas:

Composición del segundo aceite de perfume (log T <-2,5)

| Compuesto perfumante                     | Cantidad (%) | clogP | Punto de ebullición (°C) |
|------------------------------------------|--------------|-------|--------------------------|
| Aldehído MNA                             | 19,1         | 5,01  | 242                      |
| Alil amil glicolato                      | 12,7         | 2,79  | 218                      |
| delta Damascona                          | 3,2          | 4,13  | 192                      |
| Eucaliptol                               | 31,8         | 3,31  | 174                      |
| Alil (ciclohexiloxi)-acetato             | 6,4          | 2,62  | 255                      |
| Metil iononas                            | 12,7         | 4,83  | 276                      |
| Neobutenone® alfa                        | 6,4          | 3,89  | 258                      |
| 2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído | 6,4          | 2,34  | 200                      |

#### Fabricación de las segundas microcápsulas

- 15 Se disolvieron 2,29 g DESMODUR® N 100 en 40 g del segundo aceite de perfume. Esta fase de aceite se introdujo en un vaso de precipitados de 150 ml equipado con un agitador con raspador y un sistema de rotor/estator Ika (6.500-24.000 rpm). La fase de aceite se agitó a 50 rpm con el agitador con raspador durante 5 minutos.

Una solución acuosa de estabilizante al 1 % en peso, con relación al peso total de la solución de estabilizante, se preparó mediante la disolución del alcohol polivinílico en 50,8 g de agua desionizada.

- 20 Después, se preparó una emulsión mediante la homogenización de la fase de perfume en la fase acuosa con el sistema Ika-digital Ultra-Turax durante 3 minutos a 24.000 rpm. La solución de emulsión resultante se introdujo en un reactor de 100 ml a temperatura ambiente y la agitación se ajustó a 500 rpm.

- 25 Después, se añadieron al reactor 0,9 g de carbonato de guanidina en 5,4 g de agua desionizada durante una hora a temperatura ambiente. La temperatura de reacción se elevó a 50 °C durante 30 minutos, a 70 °C durante los siguientes 30 minutos y se mantuvo a 70 °C durante las siguientes 2 horas. La reacción se enfrió a temperatura ambiente durante 30 minutos.

El contenido de perfume en la suspensión de las cápsulas fue de alrededor del 40 %, con relación al peso total de la suspensión. La cápsula se fabricó con 12 mmol (2,29 g) de isocianato y 20 mmol (0,90 g) de amina para encapsular 40 g de aceite. Por lo tanto, la relación en peso de resina respecto a aceite es de 1:12,5.

#### Aceite de perfume libre:

30

Composición del tercer aceite perfumante

| Ingrediente         | Cantidad (%) | clogP | Punto de ebullición (°C) |
|---------------------|--------------|-------|--------------------------|
| Cetalox®            | 1,2          | 5,83  | 277                      |
| ISO® E Super        | 24,0         | 5,24  | 294                      |
| Lilial®             | 36,1         | 3,90  | 280                      |
| Metilnaftilcetona   | 1,2          | 2,50  | 297                      |
| Hedione®            | 12,0         | 2,92  | 309                      |
| Crema musgo cristal | 0,2          | 3,22  | 328                      |
| Habanolide®         | 9,6          | 5,61  | 366                      |
| Cashmeran®          | 4,8          | 3,65  | 278                      |
| Cedrenol            | 3,6          | 4,33  | 280                      |

Se preparó una emulsión del tercer aceite de perfume mediante la homogenización del aceite en la solución de alcohol polivinílico con el sistema Ika-digital Ultra-Turax durante 3 minutos a 24.000 rpm.

Mezcla de cápsulas según la invención y aceite de perfume libre

Los lotes que contienen la primera y la segunda cápsula y el tercer aceite de perfume se mezclaron en una relación de 3,5:2,2:4,3, que al final proporcionan en total la misma composición perfumante que la cápsula de referencia.

Resultados

- 5 Las muestras del espacio libre superior de las cápsulas depositadas se recogieron en el punto de tiempo de 24 horas y se analizaron las concentraciones usando la CG-EM. El ajuste de temperatura de la columna de CG fue: 2 min 80 °C isoterma inicial, después programa de temperatura de 3 °C/min hasta 180 °C, seguido de un aumento de 10 °C/min hasta 250 °C. Los valores de intensidad percibida se informatizaron/correlacionaron de las concentraciones de espacio libre superior medidas usando la ecuación descrita anteriormente.
- 10 La Tabla 1 muestra un incremento en todos los valores de intensidad percibida de las materias primas de perfumería (PRM) antes y después de agruparse las materias primas de perfumería. La intensidad percibida (PI) es de una escala de 0 a 6. La invención adopta un parámetro novedoso para modular las cantidades de las PRM que se van a oler en el espacio libre superior.

Tabla 1: Valores de intensidad percibida

| Materias primas de perfumería            | Referencia | Invención | Δ Intensidad percibida |
|------------------------------------------|------------|-----------|------------------------|
| Metilhexilcetona                         | 2,41       | 3,01      | 0,60                   |
| Eucaliptol                               | 3,47       | 4,37      | 0,90                   |
| Dihidromircenol                          | 4,44       | 4,50      | 0,06                   |
| 2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído | 4,40       | 4,75      | 0,35                   |
| Alcanfor                                 | 2,61       | 5,45      | 2,84                   |
| Metona                                   | 3,97       | 4,65      | 0,68                   |
| cis-2-metil-4-propil-1,3-oxatiano        | 3,38       | 4,84      | 1,46                   |
| Acetato de dihidromircenilo              | 1,47       | 4,05      | 2,58                   |
| Alil amil glicolato                      | 3,07       | 3,14      | 0,07                   |
| Acetato de linalilo                      | 2,18       | 4,48      | 2,30                   |
| acetato de isobornilo                    | 4,49       | 5,33      | 0,84                   |
| Acetato de terpenilo                     | 3,67       | 5,16      | 1,49                   |
| Aldehído MNA                             | 4,92       | 4,92      | 0,00                   |
| delta Damascona                          | 3,78       | 4,24      | 0,46                   |
| Alil (ciclohexiloxi)-acetato             | 5,23       | 5,39      | 0,16                   |
| Neobutenone® Alfa                        | 6,01       | 6,05      | 0,04                   |
| Metil iononas                            | 4,56       | 4,61      | 0,05                   |
| Cashmeran®                               | 4,42       | 5,57      | 1,15                   |
| Lilial®                                  | 5,96       | 5,98      | 0,02                   |
| Metilnaftilcetona                        | 3,93       | 3,93      | 0,00                   |
| Cedrenol                                 | 5,12       | 5,14      | 0,02                   |
| Hedione®                                 | 4,97       | 5,11      | 0,14                   |
| ISO® E Super                             | 4,26       | 4,27      | 0,01                   |
| Musgo cristal                            | 3,28       | 3,30      | 0,02                   |
| Cetalox®                                 | 4,85       | 4,88      | 0,03                   |
| Habanolide®                              | 5,69       | 5,80      | 0,11                   |

- 15 Un panel de personas (entrenadas y no entrenadas) describió el efecto olfativo global proporcionado por la composición de la invención como que es más equilibrado, natural y con una distinción más circular, mientras que las cápsulas de referencia proporcionaron un efecto bastante desequilibrado o desestructurado en el que fue posible detectar las materias primas específicas, en lugar de una fragancia armoniosa. Esto se debe a que algunas materias primas, que no permean de manera suficiente si se encapsularon mediante un procedimiento tradicional, están ahora presentes en el espacio libre superior a una cantidad que las hace perceptibles.
- 20

- Tal como se muestra en los ejemplos, el aceite de perfume de las microcápsulas de la presente invención se puede diseñar con cualquier número de compuestos perfumantes diferentes con desde uno a alrededor de 50 compuestos diferentes que son típicos. Por supuesto, se pueden usar cantidades superiores, incluso hasta 100 compuestos diferentes, basadas en la preferencia del perfumista y el carácter de olor global deseado que se va a lograr. En general, unos pocos (es decir, de 2 a 10) a un límite superior de alrededor de 25 compuestos diferentes están presentes en las microcápsulas.
- 25

**Ejemplo 2**Microcápsulas de referenciaFabricación de microcápsulas de referencia:

- Un aceite de perfume (40 g) (véase la composición posterior) se mezcló bien con monómeros de poliisocianato (Takenate® D 110N (2,19 g, 6 mmol NCO) y Desmodur® N100 (1,15 g, 6 mmol NCO)). Se disolvió alcohol polivinílico (PVOH Mowiol 18-88) (0,5445 g) en agua desionizada (50,86 g) a 70 °C y se disolvió una vez, la solución de PVOH se enfrió a temperatura ambiente. Después, la mezcla de aceite se añadió lentamente a la solución de PVOH conforme la emulsión de aceite en agua (O/W) se formaba a temperatura ambiente usando el homogeneizador (Ultra Turrax, IKA T25 digital) ajustado a 24.000 rpm durante 3 minutos. Después, la emulsión de O/W se transfirió a un reactor encamisado de 100 ml y el agitador (Eurostar power control-visc, IKA-WERKE) se ajustó a 500 rpm. Se disolvió guanazol (1,0 g, 10 mmol) en el agua desionizada (5,38 g). La solución de carbonato de guanidina se añadió al reactor distribuido usando una bomba (aparato Pump 11 Elite, Harvard), ajustado a un caudal de 0,100 ml/min a temperatura ambiente, y este procedimiento tardó aproximadamente 60 minutos. Una vez que se terminó la adición, la temperatura de reacción se incrementó de temperatura ambiente a 50 °C durante los primeros 30 minutos, y después a 70 °C durante los siguientes 30 minutos. La temperatura de reacción se mantuvo a 70 °C durante otras 2 horas. Se usó un aparato de circulación por inmersión por calentamiento Julabo (modelo MA, de Julabo Labortechnik GmbH, Alemania) para mantener la temperatura de reacción. Posteriormente, la reacción se enfrió hasta la temperatura ambiente.

Aceite de perfume:

| Ingrediente                 | Composición (% en peso) |
|-----------------------------|-------------------------|
| Óxido de rosa               | 20                      |
| Acetato de dihidromircenilo | 20                      |
| Acetato de terpenilo        | 20                      |
| Neobutenone alfa            | 20                      |
| Lilial®                     | 20                      |

Microcápsulas según la invenciónPrimeras microcápsulas:Fabricación de las primeras microcápsulas:

- Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que el único monómero de poliisocianato usado fue Desmodur® N100 (2,30 g, 12 mmol NCO) y no se usó Takenate® D 110N.

Aceite de perfume en primera microcápsulas

| Ingrediente      | Composición (% en peso) |
|------------------|-------------------------|
| Óxido de rosa    | 33,3                    |
| Neobutenone alfa | 33,3                    |
| Lilial®          | 33,3                    |

Segundas microcápsulasFabricación de las segundas microcápsulas:

- Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que el único monómero de poliisocianato usado fue Desmodur® N100 (1,15 g, 6 mmol NCO) y no se usó Takenate® D 110N.

Aceite de perfume en las segundas microcápsulas

| Ingrediente                 | Composición (% en peso) |
|-----------------------------|-------------------------|
| Acetato de terpenilo        | 50                      |
| Acetato de dihidromircenilo | 50                      |

- Las primeras y las segundas microcápsulas se añadieron a una relación en peso de 3:2, respectivamente, y esto se usó como la suspensión de microcápsulas madre según la invención.

2.1 Resultados en la aplicación de limpiador para todos los fines (APC)



## Base de APC:

| Composición                        | Dosificación (% en peso) |
|------------------------------------|--------------------------|
| Agua                               | 88,8                     |
| Nedol 91-8 <sup>1)</sup>           | 5                        |
| Marlon A 375 <sup>2)</sup>         | 4                        |
| Cumolsulfonato de sodio            | 2                        |
| Kathon CG                          | 0,2                      |
| 1) C9-11 Pareth-8                  |                          |
| 2) Dodecibencenosulfonato de sodio |                          |

Una cantidad de APC diluido al 10 % se preparó tal como sigue: se mezclaron 0,1 g de cápsulas de referencia o mixtas con 9,9 g de base de APC (no espesada, CEN 07002, lote 1, LABO, base normal de APC neutra) en una botella de vidrio de 200 ml y se rellenó hasta 100 ml con agua corriente fría. Una alícuota de 1 g de la APC diluida al 10 % anterior se aplicó a una baldosa cerámica de tamaño de 10,8 cm x 10,8 cm. La baldosa se dejó secar a temperatura ambiente durante aproximadamente 30 minutos en la campana y se sometió a análisis. Esto corresponde a muestras frescas. En otro caso, las cápsulas en la base no diluida de APC se dejaron envejecer durante un mes y se aplicaron a las baldosas usando el procedimiento anterior. Esto corresponde a las muestras envejecidas.

Espacio libre superior después de 16 horas de equilibrio

La recogida del espacio libre superior de las baldosas con APC se hizo tal como sigue: una baldosa seca con cápsulas se colocó en un reactor de 3 l y todas las salidas se cerraron para llegar al equilibrio durante la noche a temperatura ambiente. Una vez que el espacio libre superior alcanzó el equilibrio, se conectó un tubo Tenax a una bomba (velocidad calibrada a 130 ml/min  $\pm$  5 %) para absorber el espacio libre superior. Se colocó un tubo de carbón vegetal en la otra abertura para que entrara aire filtrado cuando el HS se bombeó fuera del reactor. Cada reactor se bombeó durante 30 minutos (volumen total 130 ml/min x 30 min = 3900 ml) para cada muestra.

Tabla 2: Resultados analíticos de espacio libre superior en la aplicación de limpiador de todo propósito

| Muestra    | Tipo de muestra | Óxido de rosa (ng/l) | Acetato de DHM (ng/l) | Acetato $\alpha$ -terp (ng/l) | Neobutenone (ng/l) | Lilial® (ng/l) |
|------------|-----------------|----------------------|-----------------------|-------------------------------|--------------------|----------------|
| referencia | fresca          | 3                    | 2                     | 2                             | 2                  | 3              |
| invención  | fresca          | 6                    | 4                     | 3                             | 5                  | 6              |
| referencia | envejecida      | 8                    | 9                     | 5                             | 3                  | 16             |
| invención  | envejecida      | 23                   | 26                    | 16                            | 13                 | 22             |

La intensidad de espacio libre superior de todas las materias primas de perfumería en las cápsulas según la invención se incrementa de manera significativa. Esto muestra que el agrupamiento de las materias primas permite adaptar la intensidad del compuesto perfumante y mejorar la intensidad de los ingredientes perfumantes, especialmente aquellos con alta volatilidad y alto umbral de olor.

2.2 Resultados en una aplicación de desodorante

## Base de desodorante:

| Composición | Dosificación (% en peso) |
|-------------|--------------------------|
| Brij 72     | 3,2                      |
| Brij 721    | 0,7                      |
| Arlamol E   | 4,0                      |
| Agua DI     | 51,0                     |
| Locron L    | 40,0                     |
| Perfume     | c.s.                     |

Una cantidad de desodorante al 1 % con cápsulas se preparó tal como sigue: 0,1 g de ya sea cápsulas de referencia o mixtas se mezclaron bien con 9,9 g de base de desodorante en un vial de vidrio de 20 ml. Se aplicó una cantidad de 0,5 g de desodorante con el 1 % de cápsulas a un trozo de papel secante de área de 5 cm x 5 cm. El papel secante se enrolló en la celda de muestra y su espacio libre superior se recogió durante 30 min a  $t = 0$  y  $t = 6$  horas.

El papel secante se enrolló y se colocó en el tubo de la celda de CG. El tubo estuvo 1 cm por encima del fondo de la celda. La solución de bromuro de sodio al 39 % en peso se empleó para controlar la humedad del flujo de  $N_2$ , dando como resultado una actividad de agua de 0,738 a 22,4 °C. El caudal de  $N_2$  fue de 40 ml/min y la temperatura de

baño de agua se ajustó a 32 °C. Después de 0 y 6 horas, se insertó un cartucho de Tenax preacondicionado en el que el cartucho estuvo 4 cm por encima de la celda. El HS se capturó durante 30 minutos. Después, las muestras de HS se desorbieron térmicamente (Perkin Elmer Turbo Matrix 650) y se analizaron por CG-EM (Agilent 6890/5975C).

- 5 Procedimiento de CG-EM: exploración a 80 °C durante 2 min, 3 °C/min hasta 180 °C, y después 10 °C/min hasta 250 °C. El MSD (EI, 70 eV) se operó en el modo de control iónico seleccionado para mediciones cuantitativas. El CG se equipó con una columna capilar Agilent DB-LMS (30 m, 0,25 mm d.i. 0,25 µm de película). Los parámetros del desorbido fueron: temperatura de válvula 240 °C, temperatura de desorción de 240 °C, línea de transferencia 250 °C, trampa (-30 °C a 250 °C a 40 °C/s), tiempo de purga 1,0 min, tiempo de desorción 5 min, tiempo de retención de trampa 5 min, tiempo de flujo de desorción de trampa 0 min, tiempo de ciclo 13 min, división de salida (5,2 % inyectado), flujo de columna 1,1 ml/min, flujo de desorción 50 ml/min.

Para muestras envejecidas, las cápsulas en la base desodorante se dejaron envejecer durante un mes, se aplicaron al papel secante y se analizaron de la misma manera que se ha descrito anteriormente.

Tabla 3: Resultados analíticos de espacio libre superior en la aplicación de desodorante

| Muestra    | Tipo de muestra | Tiempo de muestreo | Óxido de rosa (ng/l) | Acetato de DHM (ng/l) | Acetato de α-terp. (ng/l) | Neobutenone (ng/l) | Lilial® (ng/l) |
|------------|-----------------|--------------------|----------------------|-----------------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| referencia | fresca          | t = 0              | 2247                 | 1072                  | 578                       | 271                | 47             |
| mezcla     | fresca          | t = 0              | 2439                 | 3223                  | 2098                      | 520                | 145            |
| referencia | fresca          | t = 6 horas        | 498                  | 260                   | 196                       | 214                | 83             |
| mezcla     | fresca          | t = 6 horas        | 1078                 | 1105                  | 740                       | 386                | 164            |
| referencia | envejecida      | t = 0              | 2047                 | 1059                  | 750                       | 576                | 180            |
| mezcla     | envejecida      | t = 0              | 2180                 | 3005                  | 2234                      | 899                | 300            |
| referencia | envejecida      | t = 6 horas        | 821                  | 471                   | 358                       | 286                | 154            |

- 15 La intensidad de espacio libre superior de todas las materias primas de perfumería en las cápsulas según la invención se incrementa de manera significativa en comparación con la referencia. Esto muestra que la agrupación de las materias primas permite adaptar la intensidad del compuesto perfumante y mejorar la intensidad de los ingredientes perfumantes, especialmente aquellos con alta volatilidad y alto umbral de olor. Adicionalmente, los resultados muestran aún una intensidad mejorada a la sexta hora, que significa la propiedad de larga duración de la invención. Este resultado demuestra que la invención se puede aplicar tanto a aplicaciones de cuidado corporal como del hogar.

### Ejemplo 3

#### Microcápsulas de referencia

#### Fabricación de microcápsulas de referencia

- 25 Un aceite de perfume (40 g) (véase la composición posterior) se mezcló bien con monómeros de poliisocianato (Takenate® D 110N (2,19 g, 6 mmol NCO) y Desmodur® N100 (1,15 g, 6 mmol NCO)). Se disolvió alcohol polivinílico (PVOH Mowiol 18-88) (0,5445 g) en agua desionizada (50,86 g) a 70 °C y se disolvió una vez, se enfrió la solución de PVOH a temperatura ambiente. Después, la mezcla de aceite se añadió lentamente a la solución de PVOH conforme la emulsión de aceite en agua (O/W) se formaba a temperatura ambiente usando el
- 30 homogeneizador (Ultra Turrax, IKA T25 digital) ajustado a 24.000 rpm durante 3 minutos. Después, la emulsión de O/W se transfirió a un reactor encamisado de 100 ml y el agitador (Eurostar power control-visc, IKA-WERKE) se ajustó a 500 rpm. Se disolvió guanazol (1,0 g, 10 mmol) en el agua desionizada (5,38 g). La solución de carbonato de guanidina se añadió al reactor distribuido usando una bomba (aparato Pump 11 Elite, Harvard), ajustada a un caudal de 0,100 ml/min a temperatura ambiente, y este procedimiento debe tardar aproximadamente 60 minutos.
- 35 Una vez que se terminó la adición, la temperatura de reacción se incrementó desde temperatura ambiente a 50 °C durante los primeros 30 minutos, y después a 70 °C durante los siguientes 30 minutos. Después, la temperatura de reacción se mantuvo a 70 °C durante otras 2 horas. Se usó un aparato de circulación por inmersión por calentamiento Julabo (modelo MA, de Julabo Labortechnik GmbH, Seelbach, Alemania) para mantener la temperatura de reacción. Posteriormente, la reacción se enfrió hasta la temperatura ambiente.

- 40 Aceite de perfume:

| Nombre     | Composición (% en peso) |
|------------|-------------------------|
| Romascone® | 20                      |
| Verdox     | 20                      |
| Dorisyl    | 20                      |
| Cyclosal   | 20                      |
| Salicynile | 20                      |

Microcápsulas según la invenciónPrimeras microcápsulasFabricación de las primeras microcápsulas:

- 5 Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que el único monómero de poliisocianato usado fue Desmodur® N100 (2,30 g, 12 mmol NCO) y no se usó Takenate® D 110N.

Aceite de perfume en las primeras microcápsulas

| Nombre      | Composición (% en peso) |
|-------------|-------------------------|
| Cyclosal    | 33,3                    |
| Salicylnile | 33,3                    |
| Romascone®  | 33,3                    |

Segundas microcápsulasFabricación de las segundas microcápsulas:

- 10 Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que el único monómero de poliisocianato usado fue Desmodur® N100 (2,30 g, 12 mmol NCO) y no se usó Takenate® D 110N.

Aceite de perfume en las segundas microcápsulas

| Nombre  | Composición (% en peso) |
|---------|-------------------------|
| Dorisyl | 50                      |
| Verdox  | 50                      |

- 15 Las primeras y las segundas microcápsulas se añadieron a una relación en peso de 3:2, respectivamente, y esto se usó como la suspensión de microcápsulas madre según la invención.

Resultados en la aplicación de desodorante

- 20 Una cantidad de desodorante al 1 % con microcápsulas se preparó tal como sigue: 0,1 g de ya sea cápsulas de referencia o mixtas se mezclaron bien con 9,9 g de base de desodorante (véase el Ejemplo 2) en un vial de vidrio de 20 ml. Se aplicó una cantidad de 0,5 g de desodorante con el 1 % de cápsulas a un trozo de papel secante de área de 5 cm x 5 cm. El papel secante se enrolló en la celda de muestra y su espacio libre superior se recogió durante 30 min a t = 0 y t = 6 horas.

- 25 El papel desecante se enrolló y se colocó en el tubo de la celda de CG. El tubo estuvo 1 cm por encima del fondo de la celda. La solución de bromuro de sodio al 39 % en peso se empleó para controlar la humedad del flujo de N<sub>2</sub>, dando como resultado una actividad de agua de 0,738 a 22,4 °C. El caudal de N<sub>2</sub> fue 40 ml/min y la temperatura de baño de agua se ajustó a 32 °C. Después de 0 y 6 horas, se insertó un cartucho Tenax preacondicionado en el tubo, en el que el cartucho estuvo por encima de 4 cm de la celda. El HS se capturó durante 30 minutos. Después, las muestras de HS se desorbieron térmicamente (Perkin Elmer Turbo Matrix 650) y se analizaron por CG-EM (Agilent 6890/5975C).

- 30 Procedimiento de CG-EM: exploración a 80 °C durante 2 min, 3 °C/min hasta 180 °C, y después 10 °C/min hasta 250 °C. El MSD (EI, 70 eV) se operó en el modo de control iónico seleccionado para mediciones cuantitativas. El CG se equipó con una columna capilar DB-LMS Agilent (30 m, 0,25 mm d.i. 0,25 µm de película). Los parámetros del desorbador fueron: temperatura de válvula 240 °C, temperatura de desorción 240 °C, línea de transferencia 250 °C, trampa (-30 °C a 250 °C a 40 °C/s), tiempo de purga 1,0 min, tiempo de desorción 5 min, tiempo de retención de trampa 5 min, tiempo de flujo de desorción de trampa 0 min, tiempo de ciclo 13 min, división de salida (5,2 % inyectado), flujo de columna 1,1 ml/min, flujo de desorción 50 ml/min.

Tabla 4: Resultados analíticos de espacio libre superior en la aplicación de desodorante

| Muestra    | Tipo de muestra | Tiempo de muestreo | Romascone (ng/l) | Verdox (ng/l) | Dorisyl (ng/l) | Cyclosal (ng/l) | Salicylnile (ng/l) |
|------------|-----------------|--------------------|------------------|---------------|----------------|-----------------|--------------------|
| Referencia | Fresca          | t = 0              | 886              | 418           | 457            | 101             | 121                |
| Mezcla     | Fresca          | t = 0              | 5002             | 2778          | 2546           | 887             | 802                |
| Referencia | Fresca          | t = 6 horas        | 376              | 331           | 287            | 110             | 122                |
| Mezcla     | Fresca          | t = 6 horas        | 968              | 721           | 986            | 358             | 464                |
| Referencia | Envejecida      | t = 0              | 1790             | 804           | 1033           | 262             | 267                |
| Mezcla     | Envejecida      | t = 0              | 3158             | 1562          | 1618           | 1043            | 614                |

(continuación)

| Muestra    | Tipo de muestra | Tiempo de muestreo | Romascone (ng/l) | Verdox (ng/l) | Dorisyl (ng/l) | Cyclosal (ng/l) | Salicynile (ng/l) |
|------------|-----------------|--------------------|------------------|---------------|----------------|-----------------|-------------------|
| Referencia | Envejecida      | t = 6 horas        | 422              | 299           | 365            | 145             | 120               |
| Mezcla     | Envejecida      | t = 6 horas        | 909              | 1112          | 1261           | 609             | 543               |

La intensidad de espacio libre superior de todas las materias primas de perfumería en las cápsulas según la invención se incrementa de forma significativa en comparación con la referencia. Esto muestra que la agrupación de las materias primas permite adaptar la intensidad del compuesto perfumante y mejorar la intensidad de los ingredientes perfumantes, especialmente aquellos con alta volatilidad y alto umbral de olor. Adicionalmente, los resultados aún muestran una intensidad mejorada a la sexta hora, que significa la propiedad de larga duración de la invención. Este ejemplo también demuestra que la invención es aplicable a diferentes aceites de perfume.

#### Ejemplo 4

##### Microcápsulas de referencia

##### Fabricación de microcápsulas de referencia:

En un matraz de fondo redondo, se dispersaron oxalaldehído (4,22 g, 40 % en peso en agua), 2,2-dimetoxiacetaldehído (3,36 g, 60 % en peso en agua), ácido 2-oxoacético (1,44 g, 50 % en peso en agua) y 1,3,5-triazina-2,4,6-triamina (2,22 g) en agua (3,80 g). El pH se ajustó a 9,30 con hidróxido de sodio (2,23 g, 30 % en peso en agua) y la mezcla de reacción se calentó a 45 °C durante 25 minutos para dar una solución (pH = 8,75). Finalmente, se añadió agua (16,40 g) a la solución que se agitó durante 5 minutos.

La solución de oligómeros se introdujo en un reactor de 200 ml en presencia de 2,4-diamino-1,3,5-triazol (1,96 g) y una solución de Ambergum 1221 (66,38 g, 2 % en peso en agua, origen: Ashland). Se añadió una solución de aceite de perfume (42,00 g) y Takenate® D-110N (5,28 g) y se emulsionó con Ultra-Turrax a 21.500 rpm durante 2 min (pH = 7,90). El pH se ajustó a 5,30 con ácido fórmico (0,42 g, 30 % en peso en agua). La mezcla de reacción se calentó a 45 °C durante 1 h, a 60 °C durante 1 h, a 80 °C durante 3 h y, finalmente, se enfrió hasta temperatura ambiente (pH = 5,70).

##### Aceite de perfume:

| Nombre     | Composición (% en peso) |
|------------|-------------------------|
| Romascone® | 20                      |
| Verdox     | 20                      |
| Dorisyl    | 20                      |
| Cyclosal   | 20                      |
| Salicynile | 20                      |

##### Microcápsulas según la invención

##### Primeras microcápsulas

##### Elaboración de primeras microcápsulas:

Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que se usaron 2,64 g de Takenate® D-110N.

##### Aceite de perfume en las primeras microcápsulas

| Nombre     | Composición (% en peso) |
|------------|-------------------------|
| Cyclosal   | 33,3                    |
| Salicynile | 33,3                    |
| Romascone  | 33,3                    |

##### Segundas microcápsulas

##### Fabricación de las segundas microcápsulas:

Igual que la preparación de la referencia descrita anteriormente, excepto que se usaron 1,32 g de Takenate® D-110N.

Aceite de perfume en las segundas microcápsulas

| Nombre  | Composición (% en peso) |
|---------|-------------------------|
| Dorisyl | 50                      |
| Verdox  | 50                      |

Las primeras y las segundas microcápsulas se añadieron a una relación en peso de 3:2, respectivamente, y esto se usó como la suspensión de microcápsulas madre según la invención.

5 Resultados en la aplicación de desodorante:

Una cantidad de desodorante al 1 % con cápsulas se preparó tal como sigue: 0,1 g de ya sea cápsulas de referencia o mixtas se mezclaron bien con 9,9 g de base de desodorante (véase el Ejemplo 2) en un vial de vidrio de 20 ml. Una cantidad de 0,5 g de desodorante con el 1 % de cápsulas se aplicó a un trozo de papel secante de área de 5 cm x 5 cm. El papel secante se enrolló en la celda de muestra y su espacio libre superior se recogió durante 30 min a t = 0 y t = 6 horas.

El papel secante se enrolló y se colocó en el tubo de la celda de CG. El tubo estuvo 1 cm por encima del fondo de la celda. La solución de bromuro de sodio al 39 % en peso se empleó para controlar la humedad del flujo de N<sub>2</sub>, dando como resultado una actividad de agua de 0,738 a 22,4 °C. El caudal de N<sub>2</sub> fue 40 ml/min y la temperatura de baño de agua se ajustó a 32 °C. Después de 0 y 6 horas, se insertó en el tubo un cartucho de Tenax preacondicionado, en el que el cartucho estuvo por encima de 4 cm de la celda. El HS se capturó durante 30 minutos. Después, las muestras de HS se desorbieron térmicamente (Perkin Elmer Turbo Matrix 650) y se analizaron mediante CG-EM (Agilent 6890/5975C).

Procedimiento de CG-EM: exploración a 80 °C durante 2 min, 3 °C/min hasta 180 °C, y después 10 °C/min hasta 250 °C. El MSD (EI, 70 eV) se operó en el modo de control iónico seleccionado para mediciones cuantitativas. El CG estuvo equipado con una columna capilar DB-LMS Agilent (30 m, 0,25 mm d.i. 0,25 µm de película). Los parámetros del desorbido fueron: temperatura de válvula 240 °C, temperatura de desorción 240 °C, línea de transferencia 250 °C, trampa (-30 °C a 250 °C a 40 °C/s), tiempo de purga 1,0 min, tiempo de desorción 5 min, tiempo de retención de trampa 5 min, tiempo de flujo de desorción de trampa 0 min, tiempo de ciclo 13 min, división de salida (5,2 % inyectado), flujo de columna 1,1 ml/min, flujo de desorción 50 ml/min.

25 Tabla 5: Resultados analíticos de espacio libre superior

| Muestra    | Tipo de muestra | Tiempo de muestreo | Romascone (ng/l) | Verdox (ng/l) | Dorisyl (ng/l) | Cyclosal (ng/l) | Salicynile (ng/l) |
|------------|-----------------|--------------------|------------------|---------------|----------------|-----------------|-------------------|
| Referencia | Fresca          | t = 0              | 212              | 187           | 100            | 25              | 17                |
| Mezcla     | Fresca          | t = 0              | 228              | 224           | 118            | 24              | 11                |
| Referencia | Fresca          | t = 6 horas        | 18               | 20            | 18             | 10              | 8                 |
| Mezcla     | Fresca          | t = 6 horas        | 63               | 993           | 352            | 32              | 17                |

La intensidad de espacio libre superior de todas las materias primas de perfumería en las cápsulas según la invención se incrementa de manera significativa en comparación con la referencia. Esto muestra que el agrupamiento de las materias primas permite adaptar la intensidad del compuesto perfumante y mejorar la intensidad de los ingredientes perfumantes, especialmente aquellos con alta volatilidad y alto umbral de olor. Adicionalmente, los resultados muestran aún una intensidad mejorada a la sexta hora, que significa la propiedad de larga duración de la invención. Este ejemplo muestra también que la invención es aplicable a diferentes tipos de cápsulas.

## REIVINDICACIONES

1. Una composición de perfume que comprende una mezcla de microcápsulas que incluye:
  - (a) una primera microcápsula de perfume que encapsula un primer aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT mayor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire; y
  - (b) una segunda microcápsula de perfume que encapsula un segundo aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT menor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire.
2. La composición de perfume de la reivindicación 1, en la que cualquiera del primer o segundo aceites de perfume, o ambos, comprende un único compuesto perfumante o una mezcla de compuestos perfumantes, en la que cada compuesto tiene los valores citados de LogT y cLogP o volatilidad.
3. La composición de perfume de la reivindicación 2, en la que el compuesto perfumante o los compuestos perfumantes en el primer o segundo aceites de perfume, o ambos, tiene cada uno por separado un punto de ebullición de 250 °C a 450 °C.
4. La composición de perfume de la reivindicación 2, en la que el compuesto perfumante o los compuestos perfumantes en el primer o segundo aceites de perfume, o ambos, tiene cada uno por separado un punto de ebullición de 100 °C a 250 °C.
5. La composición de perfume de la reivindicación 2, en la que el compuesto perfumante o los compuestos perfumantes en el primer o segundo aceites de perfume, o ambos, tiene cada uno por separado un valor de volatilidad de 30 a  $5 \times 10^5$  µg/l de aire.
6. La composición de perfume de la reivindicación 1, en la que las primeras o segundas microcápsulas de perfume o ambas tienen una estructura de núcleo/cubierta en la que el material de encapsulación forma la cubierta, mientras que el aceite de perfume forma el núcleo, en la que una de las primeras o segundas microcápsulas (a) tiene una pared fabricada a partir de una resina diferente de la otra; (b) tiene una pared que incluye una cantidad diferente de resina o monómero de la otra; o (c) contiene una cantidad diferente de aceite de perfume de la otra; o en la que una de las primeras y segundas microcápsulas de perfume tiene una estructura de núcleo/ cubierta y la otra tiene una estructura de matriz.
7. La composición de perfume de la reivindicación 1, en la que la primera microcápsula contiene el 50 % en peso o menos del primer aceite de perfume con cada compuesto perfumante del primer aceite de perfume que tiene, por separado, un punto de ebullición de 250 °C a 450 °C, mientras que la segunda microcápsula contiene el 50 % en peso o más del segundo aceite de perfume con cada compuesto perfumante del segundo aceite de perfume que tiene, por separado, un punto de ebullición de 100 °C a 250 °C.
8. Uso de una mezcla de microcápsulas como un ingrediente o composición perfumante para productos de cuidado personal o del hogar, en el que la mezcla incluye:
  - (a) una primera microcápsula de perfume que encapsula un primer aceite de perfume que tiene un LogT mayor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire; y
  - (b) una segunda microcápsula de perfume que encapsula un segundo aceite de perfume que tiene un LogT menor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire.
9. Un producto de consumo en la forma de un producto de cuidado personal o del hogar que incluye la composición de perfume de una de las reivindicaciones 1 a 7.
10. El producto de consumo de la reivindicación 9, en la forma de una composición detergente, un suavizante de tejidos, una composición de limpieza de superficies duras o una composición de lavavajillas.
11. El producto de consumo de la reivindicación 9, en la forma de un champú, un acondicionador de cabello, una espuma, aceite o gel de baño o ducha, un desodorante o un antitranspirante.
12. Un procedimiento para incrementar la vida útil de un producto de cuidado personal o del hogar que contiene una composición perfumante, que comprende proporcionar la composición de perfume como una mezcla de microcápsulas que incluye:
  - (a) una primera microcápsula de perfume que encapsula un primer aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT mayor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire; y
  - (b) una segunda microcápsula de perfume que encapsula un segundo aceite de perfume en la que al menos el 80 % de los compuestos individuales presentes en el aceite de perfume tienen un LogT menor de -2,5 y un cLogP mayor de 2,5 y un valor de volatilidad de al menos 30 µg/l de aire.

13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que el producto de consumo está en la forma de una composición detergente, un suavizante de tejidos, una composición de limpieza de superficies duras o una composición de lavavajillas.

5 14. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que el producto de consumo está en la forma de un champú, un acondicionador de cabello, una espuma, aceite o gel de baño o ducha, un desodorante o un antitranspirante.

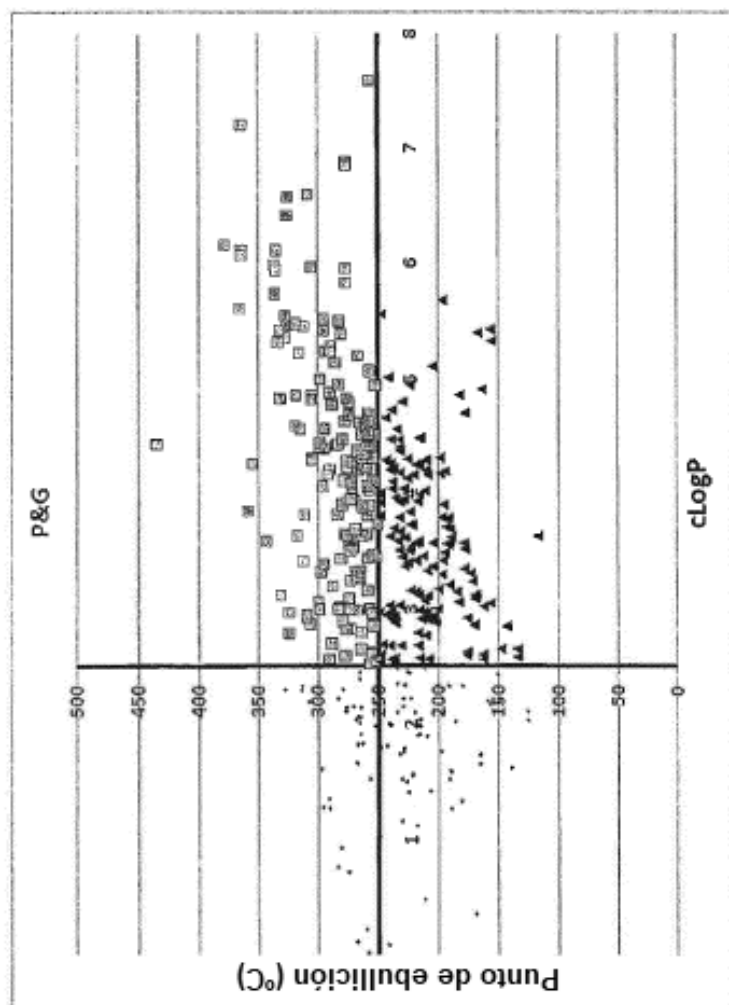


FIG. 1A



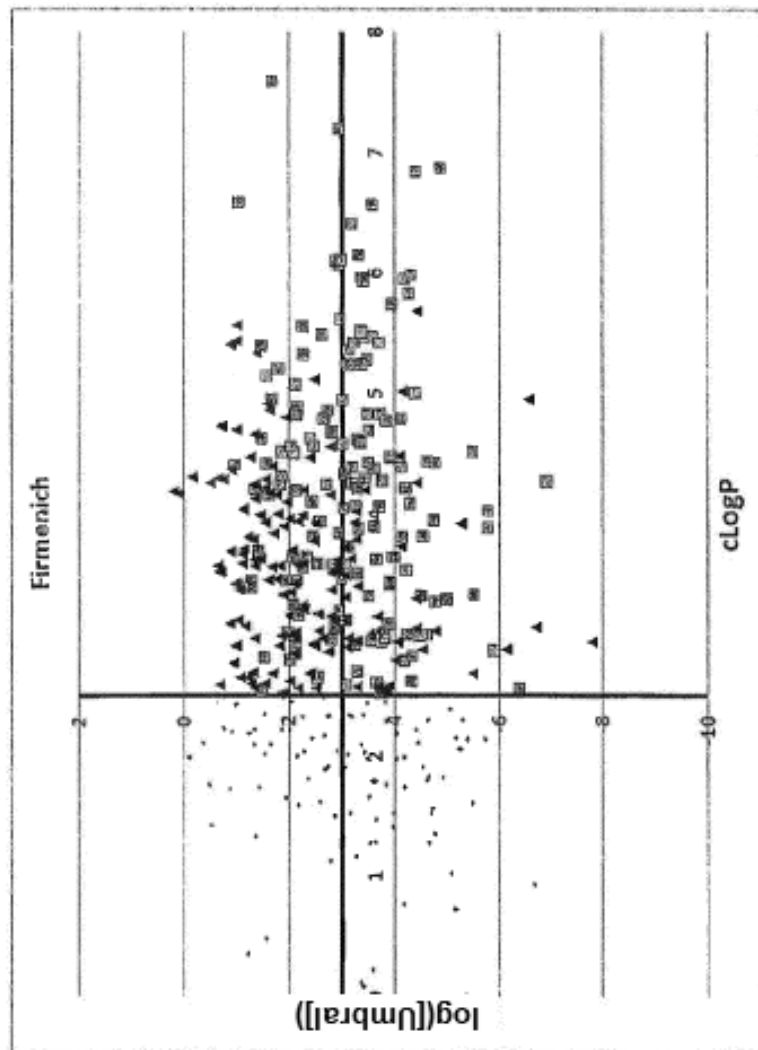


FIG. 1B

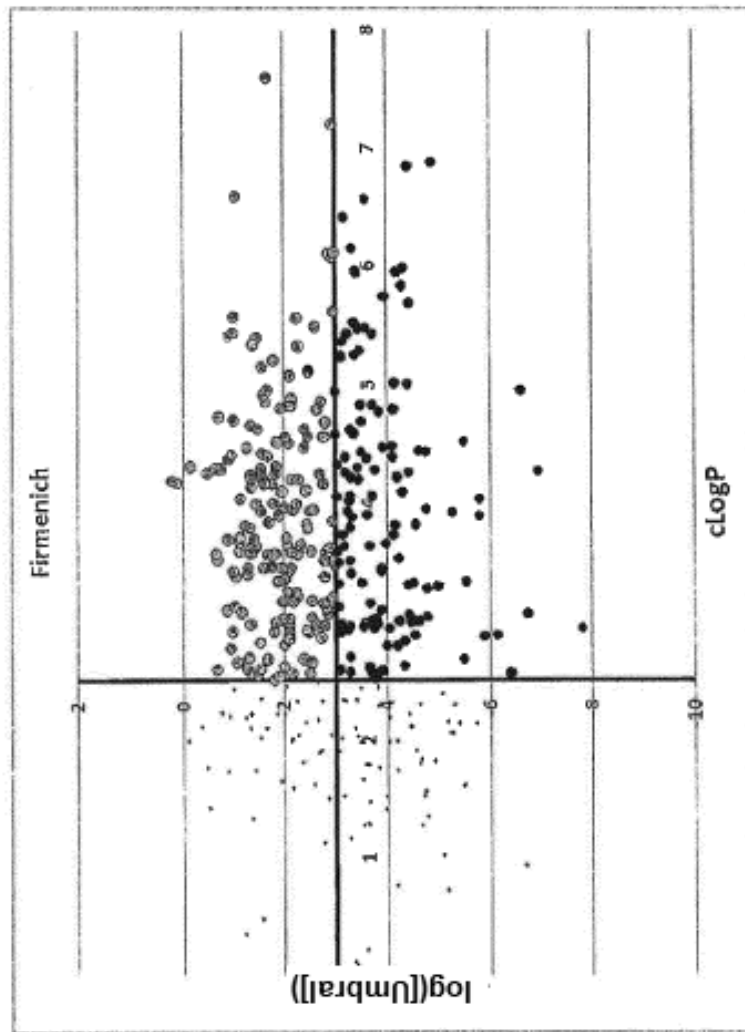


FIG. 2A

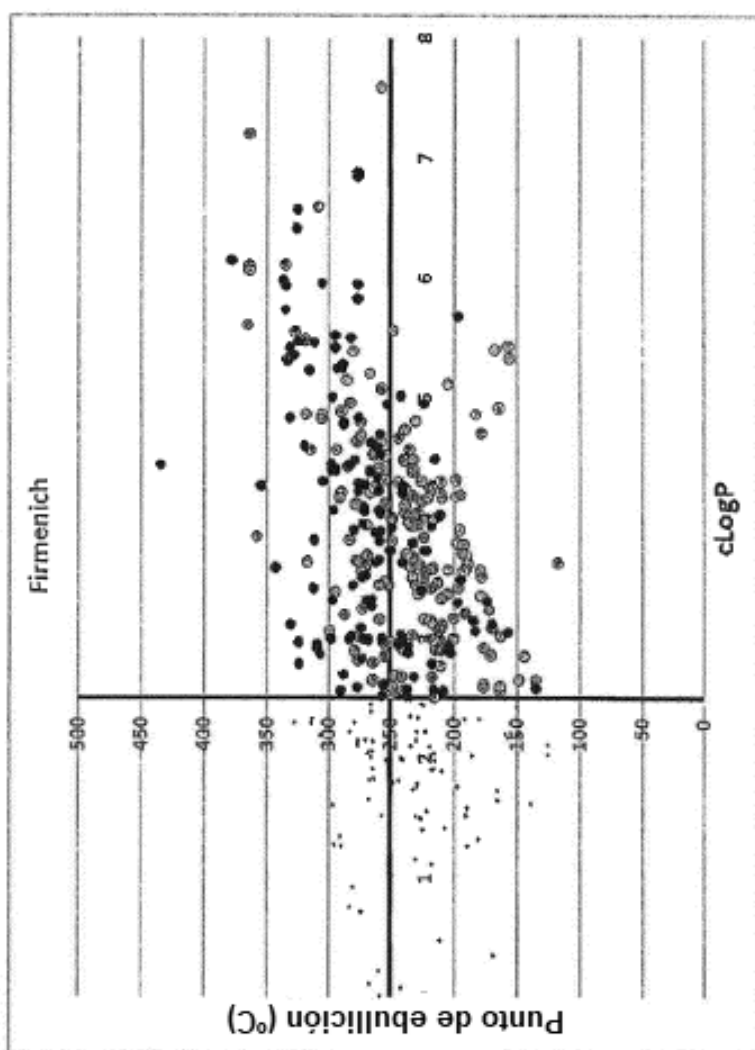


FIG. 2B

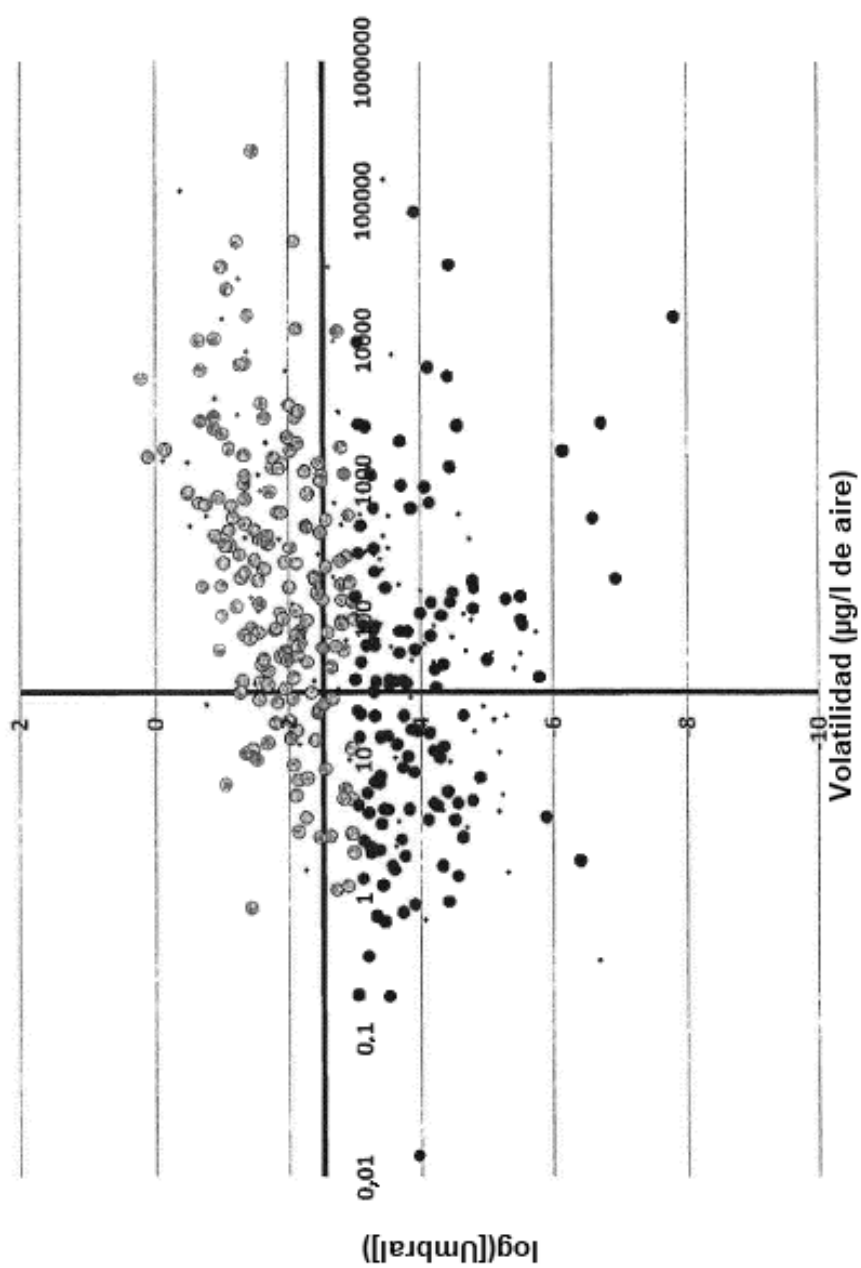


FIG. 3A

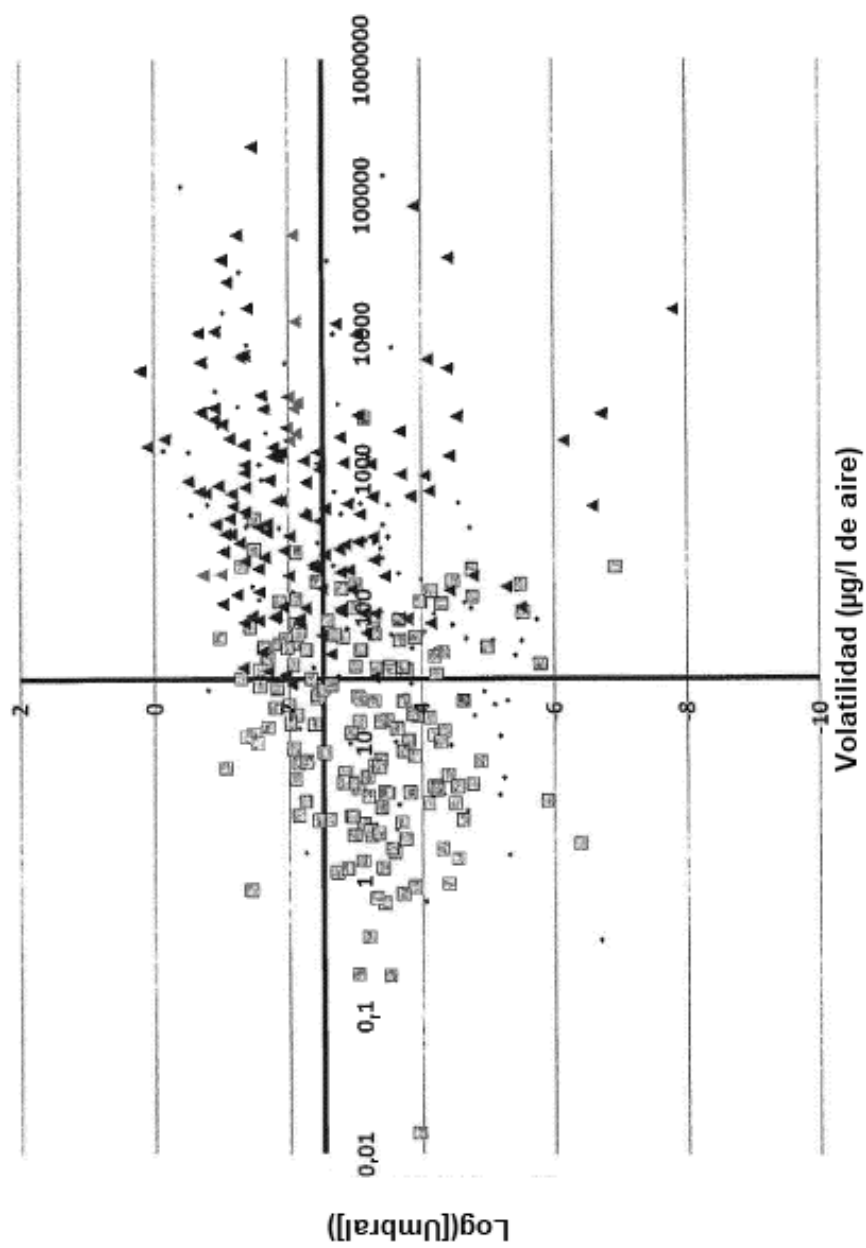


FIG. 3B