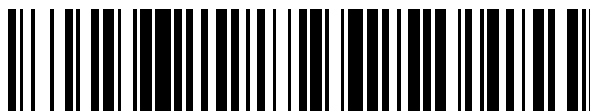


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 710 514**

51 Int. Cl.:

B01J 13/14 (2006.01)

B01J 13/16 (2006.01)

B01J 13/20 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.09.2010 E 10177596 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2018 EP 2298439**

54 Título: **Material activo encapsulado**

30 Prioridad:

18.09.2009 US 562578

16.09.2010 US 883337

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

25.04.2019

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES
INC. (100.0%)
521 West 57th Street
New York, NY 10019, US**

72 Inventor/es:

**LEI, YABIN;
POPPLEWELL, LEWIS MICHAEL y
LU, XIHUA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 710 514 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

Material activo encapsulado

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a materiales activos, más específicamente materiales de fragancia, que se encapsulan con un polímero de poliurea para formar composiciones de microcápsulas. Las composiciones de microcápsulas también se modifican con polímero de carboximetilcelulosa. La composición de microcápsulas es muy adecuada para aplicaciones asociadas con lavado de ropa, cuidado personal y productos de limpieza.

Antecedentes de la invención

15 La microencapsulación se usa en una gran diversidad de aplicaciones diferentes donde un compuesto tiene que suministrarse o aplicarse a una zona diana, aunque antes del suministro el compuesto tiene que protegerse de su entorno, o donde ese compuesto tiene que liberarse de una manera retardada en el tiempo o únicamente después de haber aplicado un tratamiento que activa la liberación. Se conocen en la técnica diversas técnicas para preparar microcápsulas y se usan, dependiendo de los contenidos a encapsular, en cuyo entorno las microcápsulas deben retener su integridad y el mecanismo de liberación deseado.

20 La policondensación interfacial es una técnica bien conocida para preparar microcápsulas y los materiales de la pared de la microcápsula versátil que pueden producirse son poliureas y poliuretanos. Dichos materiales de la pared se producen teniendo una primera fase que es inmisible en agua y comprende un isocianato polifuncional, es decir, un diisocianato y/o un poliisocianato, y una segunda fase acuosa que puede comprender un alcohol o amina polifuncional, es decir, un diol y/o polioliol para obtener una pared de cápsula de poliuretano o una diamina y/o poliamina que comprende grupos $-NH_2$ y/o $-NH$ para obtener una pared de cápsula de poliurea.

30 Si el material a encapsular es hidrófobo, se incluirá en la fase inmisible en agua, después de ello las dos fases se mezclan mediante mezcla de alto corte para formar una emulsión de aceite en agua. En esta emulsión, tendrá lugar la reacción de policondensación. Por tanto, las pequeñas gotas de la fase inmisible en agua estarán rodeadas por la pared de la microcápsula formada por policondensación del isocianato y el polialcohol o poliamina como materiales de partida. A la inversa, si el material a encapsular es hidrófilo, se incluirá en la fase acuosa y la mezcla de las dos fases se convertirá en una emulsión de agua en aceite. La reacción de policondensación entonces formará paredes de microcápsula que rodean las gotas de la fase miscible en agua. A menudo se utilizan emulsionantes adecuados para ayudar en la preparación de, y para estabilizar, la emulsión.

40 Se describen materias primas y procesos adecuados para preparar microcápsulas por policondensación en el documento US 4 640 709 y la bibliografía descrita en el mismo. Como se ejemplifica en el mismo, y también en el documento US 6 133 197, a menudo se usan microcápsulas de poliurea y poliuretano para aplicaciones robustas, tales como para la encapsulación de productos agroquímicos, por ejemplo, herbicidas y plaguicidas, donde se desea liberación lenta en el tiempo para dejar los agentes libres. Para dichas aplicaciones, las microcápsulas también requieren una resistencia mecánica relativamente alta. Para la reacción de policondensación, se divulga en la técnica anterior una amplia diversidad de materiales de partida de diisocianato y triisocianato simétricos adecuados.

45 Para la liberación de agentes beneficiosos destinados al lavado de ropa, lavado, limpieza, cuidado de superficies y cuidado personal y de la piel, por tanto, hasta ahora no se han aplicado microcápsulas de poliurea o poliuretano. Para dichas aplicaciones, a menudo es deseable una liberación más rápida y más fácil y/o menos resistencia mecánica. También sería deseable influir de forma más precisa en la permeabilidad de la pared de la cápsula y otras propiedades de la pared de la cápsula para conseguir el perfil de liberación y los beneficios para el consumidor deseados.

50 El documento GB 1 416 224 A divulga un proceso para producir microcápsulas que contienen aceite que tienen paredes formadas de un material sintético de alta masa molecular. El proceso usa una primera y una segunda sustancia de formación de pared de la cápsula que son compuestos que forman un compuesto de alta masa molecular, que es insoluble en tanto en aceite como en un líquido polar, reaccionando entre sí en el aceite. El proceso usa además una tercera sustancia de formación de pared de la cápsula que es un compuesto que puede disolverse o dispersarse en el líquido polar y forma una sustancia de alta masa molecular, que es insoluble tanto en el aceite como en el líquido polar, reaccionando con la primera sustancia de formación de pared de la cápsula.

60 El documento US 4 021 595 A divulga una lámina de registro sensible a la presión que tiene sobre la misma una capa de microcápsulas de aceite fino producidas por el proceso que comprende dispersar o emulsionar finamente en un disolvente polar un líquido oleoso que contiene un colorante sustancialmente incoloro que puede reaccionar con un revelador para formar un producto coloreado y un aducto de poliisocianato que tiene un grupo isocianato libre y añadir a la dispersión o emulsión de las gotas de aceite una poliamina o un aducto de poliamina que tiene un grupo amino libre como promotor de la polimerización, por lo que se provoca la polimerización del aducto de poliisocianato desde el lado exterior de cada gota de aceite para encapsular la gota de aceite por el aducto de poliisocianato

insolubilizado. Se indica que mediante este proceso puede controlarse de forma bastante fácil el tamaño de las microcápsulas.

Sumario de la invención

5 La presente invención reivindicada proporciona una composición de fragancia encapsulada que comprende un material de fragancia, como se define en la reivindicación 1.

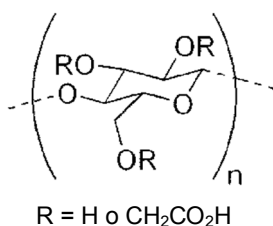
10 Se ha descubierto que las microcápsulas de poliurea son muy adecuadas para transportar diversos tipos de agentes beneficiosos hidrófobos o hidrófilos que son adecuados para su uso en productos destinados para su aplicación a superficies animadas e inanimadas.

15 En la presente divulgación, se describen determinadas características que se refieren a los procesos adecuados para preparar la composición de fragancia encapsulada reivindicada, para ayudar a comprender la invención.

20 La composición de fragancia encapsulada de la presente invención es muy adecuada para su uso en productos de aclarado, que son productos que se aplican a un sustrato y después se retiran de alguna manera. Productos especialmente preferidos que usan la fragancia encapsulada en polímero recubierto catiónico de la presente invención incluyen, sin limitación, champús para el cabello y para mascotas, acondicionadores capilares, detergentes para el lavado de ropa, suavizantes de ropa y similares. Las cápsulas de fragancia de la presente invención también pueden usarse sin recubrimiento adicional. Estas y otras realizaciones de la presente invención llegarán a ser evidentes tras la referencia a las siguientes figuras y descripción de la invención.

25 En la invención reivindicada, se proporciona una composición que contiene un material de fragancia que está encapsulado por un polímero de poliurea. El polímero de poliurea contiene un poliisocianato y un agente reticulante, que es hexametildiamina. La fragancia encapsulada en polímero de poliurea se modifica además con un polímero de carboximetilcelulosa (también mencionado como CMC).

30 El polímero de carboximetilcelulosa puede estar representado por la siguiente estructura:



35 Estructura esquemática de carboximetilcelulosa (CMC)

La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede proporcionar una intensidad de fragancia percibida aumentada en más de aproximadamente un 15 % y más preferiblemente aumentada en más de aproximadamente un 25 %.

40 La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede incorporarse en un producto seleccionado del grupo que consiste en productos de cuidado personal, cuidado de ropa y de limpieza. La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede incorporarse en detergente y suavizante de aclarado de ropa. La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede usarse en suavizante de aclarado de ropa para lavadoras de carga frontal de alta eficacia.

45 Se describe un proceso para la preparación de la fragancia encapsulada, pero no se reivindica, comprendiendo el método las etapas de preparar una emulsión de fragancia en la que se combina una fragancia y poliisocianato para formar una fase oleosa; preparar una solución de tensioactivo; preparar una solución de carboximetilcelulosa; combinar la solución de tensioactivo y la solución de carboximetilcelulosa; emulsionar la fase oleosa en la solución de tensioactivo y la solución de carboximetilcelulosa para formar una emulsión de fragancia; añadir hexametildiamina a la emulsión de fragancia para formar una suspensión de cápsula; y curar la suspensión de cápsula a temperatura ambiente.

55 En otra realización, el polímero de carboximetilcelulosa puede añadirse como una etapa posterior a la adición después de que se formen las cápsulas de fragancia encapsulada en poliurea.

Breve descripción de los dibujos

60 Figura 1 Ilustra la retención de fragancia en cápsulas de poliurea durante el almacenamiento.

Figura 2 Rendimiento sensitivo de cápsulas de poliurea (PU) en lavado/tendido europeo (EU) sin recubrimiento de CMC y con recubrimiento de CMC al 0,7 %.

5 Figura 3 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido EU de cápsulas de PU con CMC al 0,5 %, generadas a tres tasas de corte diferentes de 6500 rpm, 9500 rpm y 13 500 rpm.

Figura 4 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido EU de cápsulas de PU con tres masas moleculares diferentes de CMC de 90 kDa, 250 kDa y 700 kDa.

10 Figura 5 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido EU de cápsulas de PU con tres grados diferentes de sustitución (DS) de CMC de 0,7, 0,9 y 1,2.

15 Figura 6 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido EU de cápsulas de PU cargadas de fragancia Relaxscent sin CMC y con CMC al 0,7 % de $M_w = 250$ kDa.

Figura 7 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido EU de cápsulas de PU de fragancia Blue Touch Tome sin CMC y con CMC al 0,3 % y 0,4 % (Dow 50000PA) frente a la fragancia pura.

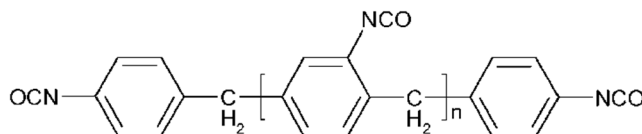
20 Figura 8 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido estadounidense de fragancia pura BTT, cápsulas de PU sin CMC, con recubrimiento de CMC al 0,7 % (Aldrich, 250k) y CMC al 0,4 % (Dow, 50000PA).

25 Figura 9 Rendimiento sensitivo de lavado/tendido estadounidense de fragancia pura, 0 SEMANAS 40 % CMC al 0,3 %, 6 SEMANAS 32 % SIN CMC, 6 SEMANAS 32 % CMC al 0,3 %, 6 SEMANAS 36 % CMC al 0,3 % y 6 SEMANAS 40 % CMC al 0,3 %.

Descripción detallada de la invención

30 Los poliisocianatos usados en la presente invención pueden ser aromáticos, alifáticos, lineales, ramificados o cíclicos. Siempre que sean insolubles en agua, pueden usarse en la presente invención.

Una clase preferida es poliisocianato aromático que tiene la estructura genérica y su isómero estructural;



35 donde n puede variar de cero hasta un número deseado dependiendo del tipo de poliamina o poliol usado. El número de n está limitado a menos de 6. El poliisocianato también puede ser una mezcla de poliisocianatos donde el valor de n puede variar de 0 a 6. En el caso donde el poliisocianato es una mezcla de diversos poliisocianatos, el valor promedio de n preferiblemente está entre 0,5 y 1,5.

40 Ejemplos de poliisocianato son Lupranate®M20 (BASF), donde el promedio de n es 0,7, PAPI 27 (Dow Chemical) donde el promedio de n es 0,7, Mondur MR (Bayer) donde el promedio de n es 0,8, Mondur MR Light (Bayer) donde el promedio de n es 0,8, y Mondur 489 (Bayer) donde el promedio de n es 1,0.

En la invención reivindicada, el promedio de MW de poliisocianato en la formulación es de 500 a 275.

45 En general, el intervalo de concentración de poliisocianato en la formulación varía de un 10 % a un 0,1 % y preferiblemente de un 5 % a un 0,25 %.

50 La invención reivindicada usa hexametildiamina como agente reticulante. Esta amina es del tipo $H_2N(CH_2)_nNH_2$ donde n es 6.

En general, la concentración de amina total en la formulación varía de un 5 % a un 0,1 % y preferiblemente de un 2 % a un 0,25 %.

55 Para los fines de esta invención, un emulsionante es un agente tensioactivo que permite la emulsión de la fase oleosa en la fase acuosa. Puede incorporarse en la fase oleosa o acuosa dependiendo del HLB del tensioactivo. La función del dispersante es funciona como coloide protector para estabilizar la emulsión formada o la dispersión de cápsulas. El emulsionante o dispersante puede usarse sobre y conjuntamente en la invención siempre que se obtenga formulación de cápsulas estable. Además, se prefieren tensioactivos y emulsionantes no iónicos y aniónicos.

60

Ejemplos de emulsionantes son etoxilatos de alcohol, etoxilatos de nonilfenol, sales de sulfonatos de alquilbenceno de cadena larga, copolímeros de bloque de óxido de propileno y óxido de etileno.

5 Tensioactivos especialmente preferidos son Ethylan™ TD-60, Witconate 90 de Akzo Nobel, y Tergitol NP7, Tergitol XD, Tergitol NP40 y Tergitol 15-S-20 disponibles en Union Carbide.

En general, el intervalo de concentración de tensioactivo en la formulación varía de un 6 % a un 0,1 % y preferiblemente de un 2 % a un 0,25 %.

10 Puede usarse una amplia gama de coloides dispersantes o protectores en la formulación. El material adecuado incluye uno o más de sal de condensado de sulfonato de alquilnaftaleno, poliacrilatos, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, poli(alcohol vinílico), poli(acrilamida), poli(éter metilvinílico/anhídrido maleico), copolímeros de injerto de poli(alcohol vinílico), y éter metilvinílico/ácido maleico, (éter metilvinílico hidrolizado/anhídrido maleico), véase la patente de Estados Unidos n.º 4 448 929 y liginosulfonatos de metal alcalino o de éter de metal alcalino.
15 Los dispersantes preferidos se seleccionan de sal de sodio de condensado de sulfonato de alquilnaftaleno, poli(alcohol vinílico), carboximetilcelulosa. Para aplicaciones de fragancia, el poli(alcohol vinílico) de color más claro, carboximetilcelulosa es más preferido si se puede obtener estabilidad satisfactoria.

20 En general, el intervalo de concentración de dispersante en la formulación varía de un 5 % a un 0,1 % y preferiblemente de un 2 % a un 0,25 %.

25 Microcápsulas que tienen una pared de cápsula de poliurea son muy adecuadas para transportar una diversidad de agentes beneficiosos a usar en productos para su aplicación a todos los tipos de superficies. Por otro lado, las superficies pueden ser inanimadas, tales como superficies duras encontradas en y alrededor de la casa, por ejemplo, superficies de madera, metal, cerámica, vidrio y pintadas, o superficies blandas tales como ropa, moquetas, cortinas y otros tejidos. Por otro lado, dichas superficies pueden ser superficies animadas, más particularmente superficies de un organismo humano o animal, es decir piel o cabello humano o animal. Para los fines de esta invención, las superficies animadas no incluyen superficies de plantas.

30 Los productos de aclarado que se usan ventajosamente con la fragancia encapsulada en polímero de la presente invención incluyen detergentes de lavado de ropa, suavizantes de ropa, blanqueantes, abrillantadores, productos de cuidado personal tales como champús, acondicionadores, cremas, jabones corporales y similares. Estos pueden ser líquidos, sólidos, pastas o geles, de cualquier forma física. También se incluyen en el uso de la fragancia encapsulada aplicaciones donde se incluye un segundo ingrediente activo para proporcionar beneficios adicionales para una aplicación. Los ingredientes beneficiosos adicionales incluyen ingredientes de suavizado de ropa,
35 hidratantes de la piel, protector solar, repelente de insectos y otros ingredientes que puedan ser útiles en una aplicación dada.

40 La dosificación de la fragancia encapsulada en poliurea en los productos de aclarado es de aproximadamente un 0,05 por ciento en peso a un 10 por ciento en peso, preferiblemente un 0,2 por ciento en peso a aproximadamente un 5 por ciento en peso y mucho más preferiblemente un 0,5 por ciento en peso a aproximadamente un 2 por ciento en peso.

45 Productos destinados a la aplicación a una superficie generalmente están destinados al lavado/limpieza o para cuidados/protección o ambos. Ejemplos son productos de limpieza para superficies duras o tejidos, productos de cuidados/protección como abrillantadores y ceras para superficies delicadas tales como madera, pintura de coche y cuero, agentes suavizantes de lavado de ropa, agentes antimanchas, agentes que repelen el agua, y similares. Ejemplos de productos destinados para la piel humana son productos de baño y ducha y champú para la limpieza de la piel y el cabello, y todos los tipos de productos de cuidado/protección de la piel y el cabello tales como
50 acondicionadores para el cabello, lociones y cremas para manos y corporales, productos de cuidado para los labios, desodorantes y antitranspirantes, productos de maquillaje y similares.

55 Se ha descubierto que las microcápsulas de poliurea son muy adecuadas para transportar diversos tipos de agentes beneficiosos hidrófobos o hidrófilos que son adecuados para su uso en productos destinados a su aplicación a superficies animadas e inanimadas.

En la presente divulgación, se describen características relacionadas con procesos adecuados para preparar la composición de fragancia encapsulada reivindicada, para ayudar a comprender la invención.

60 En la preparación de la fragancia encapsulada, la fragancia encapsulada puede curarse a una temperatura mayor de aproximadamente 55 °C, para preparar la composición reivindicada.

65 En la preparación de la fragancia encapsulada, puede añadirse el material reticulante de hexametildiamina a 35 °C, para preparar la composición reivindicada.

- 5 En la preparación de la fragancia encapsulada, el nivel de polímero en la pared de la pared de la fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 2,5 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 2,0 a aproximadamente un 0,5 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 1 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 10 En la preparación de la fragancia encapsulada, el nivel de polímero en la pared de la pared de la fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, preferiblemente de aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 1 %, mucho más preferiblemente de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 2 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 15 En la preparación de la fragancia encapsulada, el nivel de poliisocianato de la pared de la fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, preferiblemente de aproximadamente un 7,5 % a aproximadamente un 1 %, mucho más preferiblemente de aproximadamente un 3,5 a aproximadamente un 1,5 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 20 En la preparación de la fragancia encapsulada, el nivel de poliamina de la pared de la fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, preferiblemente de aproximadamente un 3 % a aproximadamente un 0,25 %, mucho más preferiblemente de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 0,5 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 25 En la preparación de la fragancia encapsulada, la estequiometría de la poliamina y poliisocianato puede manipularse para dar una cantidad reducida de poliisocianato en la suspensión de cápsulas preparada, para preparar la composición reivindicada. La estequiometría de la poliamina a isocianato variará de 1 a 1 (un grupo amina por un grupo isocianato), preferiblemente de 2:1 (dos grupos amina por un grupo isocianato) y mucho más preferiblemente de 4 a 1 (cuatro grupos amina por un grupo isocianato).
- 30 Específicamente, añadiendo una cantidad en exceso de poliamina, esta puede impulsar la formación de poliurea hacia mayor consumación y menor cantidad residual de poliisocianato. La estequiometría de la reacción requiere un grupo amina por un grupo isocianato. Esto puede ilustrarse usando Luprante® M20 y hexametildiamina (HMDA). El promedio de MW de Luprante M20 es 360 y la funcionalidad de isocianato es 2,7. En el caso de HMDA, la MW es 116,21 y la funcionalidad amina es 2. Por tanto, la estequiometría del sistema sugiere que por cada gramo de HMDA, se necesitan 2,23 g de Luprante. La cantidad de amina estará en exceso si se usa más de 1 g de HMDA por
- 35 2,23 g de Luprante M20. Se ha descubierto que la cantidad de isocianato residual puede reducirse significativamente añadiendo una cantidad en exceso de reactivo amina.
- 40 En la preparación de la fragancia encapsulada, la cantidad de aceite de fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 80 a aproximadamente un 5 % de la suspensión de la cápsula total, preferiblemente de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 10 %, mucho más preferiblemente de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 20 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 45 En la preparación de la fragancia encapsulada, el nivel de polímero en la pared de la pared de la fragancia encapsulada puede ser de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 2,5 a aproximadamente un 0,1 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 2,0 a aproximadamente un 0,5 % de la suspensión de la cápsula total, de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 1 % de la suspensión de la cápsula total, para preparar la composición reivindicada.
- 50 Las composiciones de limpieza y lavado comprenderán uno o más tensioactivos que pueden elegirse entre tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, zwitteriónicos y anfóteros conocidos en la técnica. Para una composición de limpieza para la piel o el cabello, los tensioactivos obviamente deben cumplir la condición de ser adecuados para aplicación tópica.
- 55 Las composiciones de fragancia encapsulada de acuerdo con la invención reivindicada pueden comprender opcionalmente una diversidad de componentes conocidos en la técnica y adaptados para su uso específico. Por tanto, composiciones destinadas para superficies inanimadas pueden comprender componentes tales como aditivos, secuestrantes, hidrotropos, disolventes orgánicos, componentes de regulación del pH tales como ácidos orgánicos o inorgánicos y/o bases, agentes espesantes, blanqueantes de cloro o peróxido, agentes suavizantes de lavado de
- 60 ropa, agentes abrasivos, biocidas, agentes colorantes, nacarados, conservantes, perfumes. Las composiciones destinadas a su aplicación pueden contener una diversidad de vehículos adecuados para aplicación tópica y una diversidad de agentes beneficiosos para la piel o el cabello.
- 65 Las microcápsulas usadas en las composiciones de acuerdo con la invención se preparan usando procesos de policondensación conocidos en la técnica para preparar microcápsulas de poliurea realizadas en una emulsión de aceite en agua o agua en aceite.

Para que tenga lugar el proceso de encapsulación, la fase inmisible en agua (orgánica) y la fase acuosa se convierten en una emulsión usando un equipo de mezcla conocido en la técnica para dichos procesos, particularmente equipo de mezcla de alto corte. Como es bien sabido en la técnica, el proceso de mezcla determina el tamaño de gota de la emulsión y de ese modo el tamaño de partícula de microcápsula. Las condiciones de mezcla se eligen preferiblemente de modo que el promedio del tamaño de gota y, por lo tanto, la mediana del diámetro (promedio del tamaño de partícula volumétrico) de las microcápsulas sea entre 0,1 y 500 μm , preferiblemente en o por debajo de 300 μm , más preferiblemente en o por debajo de 150 μm , mucho más preferiblemente en o por debajo de 50 μm . Un emulsionante se añade habitualmente para ayudar en la formación de una emulsión adecuada, particularmente si se desea un bajo tamaño de gota (y, por tanto, tamaño de microcápsula). Opcionalmente, puede añadirse un dispersante para estabilizar adicionalmente la emulsión y mantener las microcápsulas dispersadas después de su formación. Preferiblemente, se añade un agente dispersante que también funciona para obtener el tamaño de gota deseado y, si se desea, mantener las microcápsulas en suspensión después de su formación.

Eligiendo la cantidad relativa de cada una de las fases, y un emulsionante y/o dispersante adecuado según se requiera, la emulsión puede ser una emulsión de aceite en agua o de agua en aceite, por lo que la fase discontinua formará el contenido de la microcápsula.

Las condiciones de reacción requeridas para que la reacción de policondensación tenga lugar de forma eficaz son, de nuevo, bien conocidas en la técnica. Dependiendo de los reactivos, una temperatura de reacción entre 20 °C y 90 °C generalmente es adecuada, preferiblemente entre 50 °C y 85 °C. El pH de la emulsión de partida se elige preferiblemente entre 4 y 10 y se determina en gran medida por la cantidad de amina usada.

Para optimizar el rendimiento de la suspensión de cápsulas, a veces es deseable explorar condiciones experimentales en que se añade el agente reticulante hexametildiamina. Se ha descubierto sorprendentemente que el rendimiento de las cápsulas puede mejorarse enormemente cuando la hexametildiamina se añade a 35 °C.

A menudo, es necesario curar la suspensión de cápsulas a elevada temperatura para impulsar que se complete una reacción de polimerización, lo que da lugar a una concentración menor de monómero libre y quizá mejor rendimiento. Pero uno de los problemas a menudo encontrados en la alta viscosidad de la cápsula después de curar la cápsula a mayor temperatura. Se ha descubierto sorprendentemente que usando una mezcla de poli(alcohol vinílico) y dispersante aniónico, Morwet D-425, se obtuvo una suspensión de flujo libre después de curar la cápsula a 90 °C.

35 Materiales activos

Se ha informado de Clog P de muchos ingredientes de perfume, por ejemplo, la base de datos Pomona92, disponible en Daylight Chemical Information Systems, Inc. (Daylight CIS) Irvine, California. Los valores se calculan muy convenientemente usando el programa Clog P también disponible en Daylight CIS. El programa también enumera valores de logP determinados de forma experimental cuando están disponibles de la base de datos Pomona. El logP calculado (Clog P) se determina normalmente por el procedimiento de fragmentos de Hansch y Leo (A. Leo, en Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol. 4, C. Hansch, P. G. Sammens, J.B. Taylor y C.A. Ransden, Editores, pág. 295 Pergamon Press, 1990). Esta estrategia se basa en la estructura química del ingrediente de fragancia y tiene en cuenta los números y tipos de átomos, la conectividad de los átomos y la formación de enlaces químicos. Los valores de Clog P que son las estimaciones más fiables y ampliamente usadas para esta propiedad fisicoquímica pueden usarse en lugar de los valores de LogP experimentales útiles en la presente invención. Puede encontrarse información adicional respecto a los valores de Clog P y logP en la patente de Estados Unidos 5 500 138. Debe apreciarse el logP o Clog P normalmente se refiere al coeficiente de reparto de octanol - agua. Sin embargo, los valores de logP o Clog P también pueden definirse para otros sistemas de disolvente - agua. Estos valores normalmente están relacionados de forma lineal con los valores de logP o Clog P de octanol - agua. Por tanto, aunque la invención se describe a continuación en términos de coeficiente de reparto de octanol - agua, debe reconocerse que se puede describir usando cualquier coeficiente de reparto de disolvente - agua deseado usando una transformación apropiada.

Materiales de fragancia con menor logP o Clog P, estos términos se usarán indistintamente desde este punto en adelante en toda la memoria descriptiva, normalmente muestran mayor solubilidad acuosa. Por tanto, cuando estos materiales están en el núcleo de una cápsula que se coloca en un sistema acuoso, tendrán mayor tendencia a difundir en la base si la pared de la envoltura es permeable a los materiales de fragancia. Sin el deseo de limitarse a teoría alguna, se cree que normalmente el mecanismo de filtración desde la cápsula transcurre en tres etapas en una base acuosa. En primer lugar, la fragancia se disuelve en el agua que hidrata la pared de la envoltura. En segundo lugar, la fragancia disuelta difunde a través de la pared de la envoltura en la fase acuosa voluminosa. En tercer lugar, la fragancia en la fase acuosa se absorbe por las partes hidrófobas del tensioactivo dispersado en la base, permitiendo, por tanto, que continúe la filtración. Un proceso similar se produce en situaciones donde la base acuosa no contiene un tensioactivo, sino en su lugar una fase lipídica que absorbe el aroma. Las fases lipídicas que absorben el aroma se encuentran en una amplia diversidad de productos alimenticios tales como mahonesa, condimentos, sopas, productos de panadería, mezclas de rebozado y similares. Los lípidos que podrían absorber

ES 2 710 514 T3

aromas incluyen, aunque sin limitación, aceite de soja, aceite de maíz, aceite de algodón, aceite de girasol, manteca, sebo y similares.

5 Esta situación puede mejorarse mediante una realización de la presente invención que implica el uso de una inmensa preponderancia de materiales de fragancia de alto Clog P. En esta realización de la invención, más de aproximadamente un 60 por ciento en peso de los materiales de fragancia tienen un Clog P de más de 3,3. En otra realización altamente preferida de la invención, más de un 80 por ciento en peso de las fragancias tienen un valor de Clog P de más de aproximadamente 4,0. En la realización más preferida de la invención, más de un 90 % de las fragancias tienen un valor de Clog P de más de aproximadamente 4,5. Estas realizaciones se presentan esquemáticamente, representadas con preferencia creciente en la figura 2. El uso de materiales de fragancia como se describe previamente reduce la difusión de la fragancia a través de la pared de la cápsula y a la base en condiciones específicas de tiempo, temperatura y concentración.

15 Debe apreciarse que, aunque el Clog P y la solubilidad acuosa están prácticamente correlacionados, hay materiales con Clog P similar, pero solubilidad acuosa muy diferente. El Clog P es tradicionalmente la medida usada de hidrofilia en perfumería, y forma la base para describir la invención. Sin embargo, la invención puede refinarse además por la realización de que más de un 60 por ciento en peso de los materiales de fragancia tienen un Clog P de más de 3,3 y una solubilidad en agua de menos de 350 ppm. En otra realización altamente preferida de la invención, más de un 80 por ciento en peso de las fragancias tienen un Clog P de más de 4,0 y una solubilidad en agua de menos de 100 ppm. En la realización más preferida de la invención, más de un 90 % de las fragancias tienen un valor de Clog P de más de aproximadamente 4,5 y una solubilidad en agua de menos de 20 ppm. En cualquier caso, se prefiere la selección de materiales que tienen menos solubilidad en agua.

25 Los siguientes ingredientes de fragancia proporcionados en la tabla I están entre los adecuados para su uso en la composición de fragancia encapsulada de la presente invención:

TABLA I

INGREDIENTES DE PERFUME	CLOG P
Propionato de alilciclohexano	3,935
Ambrettolide	6,261
Benzoato de amilo	3,417
Cinamato de amilo	3,771
Aldehído amil cinámico	4,324
Dimetil acetal de aldehído amil cinámico	4,033
Salicilato de iso-amilo	4,601
Aurantol (marca registrada para metilantranilato de hidroxicitronelal)	4,216
Salicilato de bencilo	4,383
Acetato de para-terc-butil ciclohexilo	4,019
Iso-butil quinolina	4,193
Beta-cariofileno	6,333
Cadineno	7,346
Cedrol	4,530
Acetato de cedrilo	5,436
Formiato de cedrilo	5,070
Cinamato de cinamilo	5,480
Salicilato de ciclohexilo	5,265
Aldehído de ciclamen	3,680
Difenilmetano	4,059
Óxido de difenilo	4,240
Dodecalactona	4,359
Iso E Super (marca registrada para 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-etanona)	3,455
Brasilato de etileno	4,554
Undecilenato de etilo	4,888
Exaltolide (marca registrada para ácido 15-hidroxientadecanloico, lactona)	5,346
Galaxolide (marca registrada para 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-gamma-2-benzopirano)	5,482
Antranilato de geranilo	4,216
Acetato de geranil fenilo	5,233
Hexadecanólido	6,805
Salicilato de hexenilo	4,716
Aldehído hexil cinámico	5,473
Salicilato de hexilo	5,260
Alfa-irona	3,820

ES 2 710 514 T3

INGREDIENTES DE PERFUME	CLOG P
Lilial (marca registrada para aldehído para-terc-butil-alfa-metil hidrocinámico)	3,858
Benzoato de linalilo	5,233
Metil dihidrojasmona	4,843
Gamma-n-metil ionona	4,309
Indanona de almizcle	5,458
Almizcle de tibetina	3,831
Oxahexadecanólido-10	4,336
Oxahexadecanólido-11	4,336
Alcohol de pachulí	4,530
Phantolide (marca registrada para 5-acetil-1,1,2,3,3,6-hexametil indano)	5,977
Benzoato de feniletilo	4,058
Acetato de feniletilfenilo	3,767
Fenil heptanol	3,478
Alfa-santalol	3,800
Thibetolide (marca registrada para ácido 15-hidroxipentadecanoico, lactona)	6,246
Delta-undecalactona	3,830
Gamma-undecalactona	4,140
Acetato de vetiverilo	4,882
Ylangeno	6,268

Se prefieren los materiales con mayor Clog P, lo que significa que aquellos materiales con un valor de Clog P de 4,5 se prefieren sobre aquellos materiales de fragancia con un Clog P de 4; y esos materiales se prefieren sobre los materiales de fragancia con un Clog P de 3,3.

5 La formulación de fragancia usada en la composición de fragancia encapsulada de la presente invención debe tener preferiblemente al menos aproximadamente un 60 por ciento en peso de materiales con un Clog P mayor de 3,3, preferiblemente más de aproximadamente un 80 y más preferiblemente más de aproximadamente un 90 por ciento en peso de los materiales con un Clog P mayor de 4,5.

10 Los expertos en la materia aprecian que las formulaciones de fragancia son frecuentemente mezclas complejas de muchos ingredientes de fragancia. Un perfumista habitualmente tiene varios miles de agentes químicos de fragancia para trabajar con ellos. Los expertos en la materia aprecian que la presente invención puede contener un único ingrediente de fragancia, pero es mucho más probable que la presente invención comprenda al menos ocho o más agentes químicos de fragancia, más probablemente que contenga doce o más y a menudo veinte o más agentes químicos de fragancia. La presente invención también contempla el uso de formulaciones de fragancia complejas que contienen cincuenta o más agentes químicos de fragancia, setenta y cinco o más o incluso cien o más agentes químicos de fragancia en una formulación de fragancia.

20 Los materiales de fragancia preferidos tendrán tanto un alto Clog P como una alta presión de vapor. Entre aquellos que tienen estas propiedades incluyen: para cimeno, cafeno, mandarinal firm, Vivaldie™, terpineno, Verdox™, acetato de feniquilo, isoalerato de ciclohexilo, manzanato, mirceno, herbavert, isobutirato de isobutilo, tetrahidrocitral, ocimeno y cariofileno.

25 Como se describe en este documento, la composición de fragancia encapsulada de la presente invención es muy adecuada para su uso en una diversidad de productos para los consumidores bien conocidos, tales como detergente de lavado de ropa y suavizantes de ropa, detergentes líquidos para platos, toallitas para secadora, productos de cuidado bucal, productos de cuidado personal, productos alimenticios, bebidas, detergentes para lavavajillas, pastas de dientes, enjuagues bucales, así como champús y acondicionadores para el cabello. Estos productos emplean sistemas tensioactivos y emulsionantes que son bien conocidos. Por ejemplo, se describen sistemas de suavizante de ropa en las patentes de Estados Unidos 6 335 315, 5 674 832, 5 759 990, 5 877 145, 5 574 179; 5 562 849, 5 545 350, 5 545 340, 5 411 671, 5 403 499, 5 288 417 y 4 767 547, 4 424 134. Se describen detergentes líquidos para platos en las patentes de Estados Unidos 6 069 122 y 5 990 065; se describen productos de detergentes para lavavajillas en las patentes de Estados Unidos 6 020 294, 6 017 871, 5 968 881, 5 962 386, 5 939 373, 5 914 307, 5 902 781, 5 705 464, 5 703 034, 5 703 030, 5 679 630, 5 597 936, 5 581 005, 5 559 261, 4 515 705, 5 169 552 y 4 714 562. Detergentes líquidos para lavado de ropa que pueden usar la presente invención incluyen los sistemas descritos en las patentes de Estados Unidos 5 929 022, 5 916 862, 5 731 278, 5 565 145, 5 470 507, 5 466 802, 5 460 752, 5 458 810, 5 458 809, 5 288 431, 5 194 639, 4 968 451, 4 597 898, 4 561 998, 4 550 862, 4 537 707, 4 537 706, 4 515 705, 4 446 042 y 4 318 818. Champús y acondicionadores que pueden emplear la presente invención incluyen los descritos en las patentes de Estados Unidos 6 162 423, 5 968 286, 5 935 561, 5 932 203, 5 837 661, 5 776 443, 5 756 436, 5 661 118, 5 618 523, 5 275 755, 5 085 857, 4 673 568, 4 387 090 y 4 705 681. Pastas de dientes y otros productos de cuidado bucal que pueden emplear la presente invención incluyen los descritos en las patentes de Estados Unidos 6 361 761, 6 616 915, 6 696 044, 6 193 956, 6 132 702, 6 004 538, 5 939 080, 5 885 554, 6 149 894, 5 505 933, 5 503 823, 5 472 685, 5 300 283 y 6 770 264.

45

Además de los materiales de fragancia que tienen que encapsularse en la presente invención, la presente invención también contempla la incorporación de materiales disolventes. Los materiales disolventes son materiales hidrófobos que son miscible en los materiales de fragancia usados en la presente invención. Los disolventes adecuados son aquellos que tienen afinidad razonable por los agentes químicos de fragancia y un Clog P mayor de 3,3, preferiblemente mayor de 6 y mucho más preferiblemente mayor de 10. Los materiales adecuados incluyen, aunque sin limitación, aceite de triglicérido, mono- y diglicéridos, aceite mineral, aceite de silicona, dietil ftalato, polialfa olefinas, aceite de ricino y miristato de isopropilo. En una realización altamente preferida, los materiales disolventes se combinan con materiales de fragancia que tienen altos valores de Clog P como se expone anteriormente. Debe apreciarse que la selección de un disolvente y fragancia con alta afinidad uno por el otro provocará la mejora más pronunciada en la estabilidad. Esta afinidad específica puede medirse determinando el coeficiente de reparto de disolvente - agua para el material de fragancia. Pueden seleccionarse disolventes apropiados de la siguiente lista no limitante:

- Mono-, di- y triésteres, y mezclas de los mismos, de ácidos grasos y glicerina. La cadena de ácido graso puede variar de C4-C26. Además, la cadena de ácido graso puede tener cualquier nivel de insaturación. Por ejemplo, triglicérido cáprico/caprílico conocido como Neobee M5 (Stepan Corporation). Otros ejemplos adecuados son la serie Capmul de Abitec Corporation. Por ejemplo, Capmul MCM.

- Miristato de isopropilo

- Ésteres de ácido graso de oligómeros de poliglicerol:

$R_2CO-[OCH_2-CH(OCOR_1)-CH_2O-]_n$, donde R_1 y R_2 pueden ser H o cadenas alifáticas C4-26, o mezclas de los mismos, y n varía entre 2 - 50, preferiblemente 2 - 30.

- Alcoxilatos de alcohol graso no iónico como los tensioactivos Neodol de BASF, los tensioactivos Dobanol de Shell Corporation o los tensioactivos BioSoft de Stepan. El grupo alcoxi es etoxi, propoxi, butoxi o mezclas de los mismos. Además, a estos tensioactivos se les puede encapsular el extremo con grupos metilo para aumentar su hidrofobia.

- Di- y triácido graso que contiene tensioactivos no iónicos, aniónicos y catiónicos, y mezclas de los mismos.

- Ésteres de ácido graso de polietilenglicol, polipropilenglicol y polibutilenglicol, o mezclas de los mismos.

- Polialfaolefinas tales como la línea de PAO ExxonMobil PureSym™.

- Ésteres tales como los ésteres ExxonMobil PureSyn™.

- Aceite mineral

- Aceite de silicona tales como polidimetilsiloxano y polidimetilciclosiloxano.

- Dietil ftalato.

- Adipato de diisodécilo.

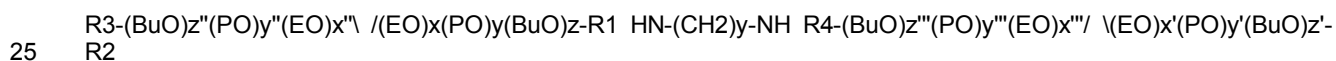
El nivel de disolvente en el núcleo del material de fragancia encapsulado debe ser mayor de aproximadamente un 10 por ciento en peso, preferiblemente mayor de aproximadamente un 30 por ciento en peso y mucho más preferiblemente mayor de aproximadamente un 70 por ciento en peso. Además del disolvente, se prefiere que se empleen materiales de fragancia de mayor Clog P. Se prefiere que más de aproximadamente un 60 por ciento en peso, preferiblemente más de aproximadamente un 80 y más preferiblemente más de aproximadamente un 90 por ciento en peso de los agentes químicos de fragancia tengan valores de Clog P mayores de aproximadamente 3,3, preferiblemente mayores de aproximadamente 4 y mucho más preferiblemente mayores de aproximadamente 4,5. Los expertos en la materia apreciarán que pueden crearse muchas formulaciones empleando diversos disolventes y agentes químicos de fragancia. El uso de un alto nivel de agentes químicos de fragancia de alto Clog P probablemente requerirá un menor nivel de disolvente hidrófobo que agentes químicos de fragancia con menor Clog P para conseguir estabilidad de rendimiento similar. Como los expertos en la materia apreciarán, en una realización altamente preferida, agentes químicos de fragancia de alto Clog P y disolventes hidrófobos comprenden más de aproximadamente un 80, preferiblemente más de aproximadamente un 90 y mucho más preferiblemente más de un 95 por ciento en peso de la composición de fragancia. Como se analiza anteriormente, pueden medirse valores de Clog P específicos entre disolventes candidatos y agua para los materiales de fragancia a incluir en el núcleo. De esta manera, puede hacerse una elección de disolvente óptimo. De hecho, como la mayoría de fragancias tendrán muchos ingredientes, puede ser preferible medir el reparto de una mezcla de fragancia específica en disolvente y agua para determinar el efecto de cualquier interacción del material.

También se ha descubierto que la adición de polímeros hidrófobos al núcleo también puede mejorar la estabilidad ralentizando la difusión de la fragancia desde el núcleo. El nivel de polímero es normalmente de menos de un 80 % del núcleo en peso, preferiblemente menos de un 50 % y mucho más preferiblemente menos de un 20 %. El requisito básico para el polímero es que sea miscible o compatible con los otros componentes del núcleo, concretamente la fragancia y otro disolvente. Preferiblemente, el polímero también espesa o gelifica el núcleo, reduciendo adicionalmente, por tanto, la difusión. Pueden seleccionarse polímeros del grupo no limitante a continuación:

- Copolímeros de etileno. Copolímeros de etileno y acetato de vinil (polímeros Elvax de DOW Corporation). Copolímeros de etileno y alcohol vinílico (polímeros EVAL de Kuraray). Elastómeros de etileno/acrílico tales como polímeros Vamac de Dupont).

- Polímeros de polivinilo, tales como poliacetato de vinilo.

- Celulosa alquil-sustituida, tal como etilcelulosa (Ethocel fabricado por DOW Corporation), hidroxipropilcelulosas (polímeros Klucel de Hercules); acetato butirato de celulosa disponible en Eastman Chemical.
- Poliácridatos. Siendo ejemplos (i) Amphomer, Demacryl LT y Dermacryl 79, fabricados por National Starch y Chemical Company, (ii) los polímeros Amerhold de Amerchol Corporation, y (iii) Acudyne 258 de ISP Corporation.
- Copolímeros de ácido acrílico o metacrílico y ésteres grasos de ácido acrílico o metacrílico. Estos son de cristalización de cadena lateral. Polímeros típicos de este tipo son los enumerados en las patentes de Estados Unidos 4 830 855, 5 665 822, 5 783 302, 6 255 367 y 6 492 462. Ejemplos de dichos polímeros son los polímeros Intelimer, fabricados por Landec Corporation.
- Óxido de polipropileno.
- Óxido de polibutileno de poli(tetrahidrofurano).
- Polietileno tereftalato.
- Poliuretanos (Dynam X de National Starch).
- Ésteres alquílicos de copolímeros de poli(éter metil vinílico) - anhídrido maleico, tales como los copolímeros Gantrez y Omnirez 2000 de ISP Corporation.
- Ésteres de ácido carboxílico de poliaminas. Ejemplos de estos son poliamida terminada en éster (ETPA) fabricada por Arizona Chemical Company.
- Polivinilpirrolidona (serie Luviskol de BASF).
- Copolímeros de bloque de óxido de etileno, óxido de propileno y/o óxido de butileno. Estos se conocen como los polímeros/dispersantes Pluronic y Synperonic de BASF.
- Otra clase de polímeros incluye polímeros de óxido de polietileno-co-óxido de propileno-co-ácido de butileno de cualquier relación de óxido de etileno/óxido de propileno/óxido de butileno con grupos catiónicos que provocan una carga positiva teórica neta o igual a cero (anfótero). La estructura general es:



donde R1, R2, R3, R4 es H o cualquier alquilo de grupo de cadena alquilo grasa. Ejemplos de dichos polímeros son los conocidos en el mercado Tetronics de BASF Corporation.

También se descubrió que cuando las cápsulas que tienen núcleos que contienen una proporción muy grande de disolventes con los valores de Clog P apropiados y/o con los agentes químicos de fragancia de alto Clog P descritos anteriormente, los materiales encapsulados realmente pueden absorber agentes químicos de fragancia de las bases de producto que contienen tensioactivo. Como aprecian bien los expertos en la materia, productos tales como, aunque sin limitación, suavizantes para ropa, detergentes de lavado de ropa, pastas de dientes, productos blanqueantes, champús y acondicionadores para el cabello contienen en sus fórmulas de base materiales funcionales tales como tensioactivos, agentes emulsionantes, aditivos detergentes, blanqueadores y similares junto con agentes químicos de fragancia. Estos productos a menudo absorben de forma agresiva los ingredientes de fragancia, muy a menudo debido al tensioactivo parcialmente hidrófobo. Asimismo, muchos productos alimenticios contienen altos niveles de grasas y otros lípidos que también absorben aromas.

La mayoría de los productos para los consumidores se fabrican usando una base acuosa que contiene un tensioactivo, aunque algunos productos usan glicoles, alcoholes polihídricos, alcoholes o aceites de silicona como disolvente o vehículo dominante. La absorción desde estas bases también es posible si el núcleo se diseña apropiadamente y se usa al nivel apropiado en la base. Ejemplos de estos productos incluyen muchos desodorantes y anti-transpirantes.

En la base del producto la fragancia se usa para proporcionar al consumidor una fragancia agradable durante y después de usar el producto o para enmascarar olores desagradables de algunos de los ingredientes funcionales usados en el producto. Como se indica anteriormente, un problema antiguo con el uso de fragancia en bases de producto es la pérdida de la fragancia antes del tiempo óptimo para el suministro de la fragancia. Se ha descubierto que con la selección apropiada de disolvente y/o agentes químicos de fragancia en el núcleo de la cápsula, y el nivel apropiado de uso del núcleo, la cápsula competirá satisfactoriamente por los agentes químicos de fragancia presentes en la base acuosa del producto durante el almacenamiento. A la larga, el núcleo absorbe una cantidad significativa de fragancia, y finalmente se establece un nivel en equilibrio de fragancia en el núcleo que es específico para la composición de núcleo de partida y concentración en la base, tipo y concentración de los materiales de fragancia en la base, composición de la base (especialmente tipo de tensioactivo y concentración), y condiciones de almacenamiento. Esta capacidad de cargar el núcleo de la cápsula con material de fragancia desde la base del producto, particularmente aquellas bases de producto que contienen una alta concentración de tensioactivo indica claramente que, con una selección sensata de la composición del núcleo, puede conseguirse una buena estabilidad de la fragancia dentro del núcleo.

Por lo tanto, también se describe en este documento, pero no se reivindica, un método para proporcionar productos de fragancia encapsulada mediante el reequilibrado de los materiales de fragancia desde la base del producto en las cápsulas. El proceso incluye proporcionar una base del producto que contiene materiales de fragancia y cápsulas con una envoltura permeable, conteniendo las cápsulas un disolvente como se define anteriormente o con materiales de fragancia de alto Clog P. Los disolventes y los materiales de fragancia de alto Clog P tienen afinidad por el

material de fragancia. Para absorber materiales de fragancia que previamente no estén presentes en el núcleo de las cápsulas, para el reequilibrado en el núcleo de la cápsula, se prefiere que las cápsulas contengan algún espacio vacío o contengan algunos materiales de menor Clog P que puedan formar una partición de la cápsula en la base del producto. Las envolturas de cápsula con el grado apropiado de permeabilidad se describen en la solicitud.

Como se describe anteriormente, cápsulas cargadas con disolvente y/o materiales de fragancia de alto Clog P absorberán otros materiales de fragancia desde el producto. En esta realización, los núcleos de cápsula compiten con el tensioactivo y el medio principalmente acuoso de los productos por los materiales de fragancia colocados en las bases de producto durante el almacenamiento. A la larga, los núcleos absorben una cantidad significativa de fragancia, y finalmente se establece un nivel en equilibrio de la fragancia en el núcleo que es específico para una composición de núcleo de partida dada y concentración en la base, tipo y concentración de materiales de fragancias en la base, composición de base y condiciones de almacenamiento. La autocarga de los núcleos en bases que tienen altas concentraciones de tensioactivos también indica que, mediante una selección sensata del núcleo, puede conseguirse estabilidad de la fragancia dentro del núcleo.

Como se usa en este documento, la estabilidad de los productos se mide a temperatura ambiente o por encima durante un periodo de al menos una semana. Más preferiblemente, se permite que las cápsulas se almacenen a temperatura ambiente durante más de aproximadamente dos semanas y preferiblemente más de aproximadamente un mes.

La presente divulgación proporciona, además, pero no reivindica, un método de encapsulación de un material de fragancia, que comprende:

proporcionar una base de producto que contiene material de fragancia no encapsulado y material tensioactivo;
proporcionar una cápsula permeable, en el que la cápsula permeable contiene más de aproximadamente un 70 por ciento en peso de material de fragancia que tiene un valor de Clog P mayor de aproximadamente 3,3 y/o disolvente hidrófobo adecuado; y
permitir que el material de fragancia no encapsulado y el material de cápsula permeable que contiene el material de fragancia llegue a equilibrio, transportando de ese modo la fragancia no encapsulada a través de la pared de la envoltura permeable al interior de la cápsula y reteniendo los contenidos de fragancia de la cápsula permeable.

En esta realización, un método para aumentar la cantidad de fragancia dentro de una cápsula, que comprende un producto de base acuosa que contiene tensioactivo y fragancia, que proporciona una cápsula permeable a la fragancia cuando se almacena en la base, contenida dentro de dicha cápsula de más de aproximadamente un 60 por ciento en peso de los componentes seleccionados del grupo que consiste en disolvente hidrófobo y agentes químicos de fragancia que tienen un valor de Clog P mayor de aproximadamente 3,3; almacenar la base de producto acuoso y la cápsula porosa durante al menos aproximadamente una semana, permitiendo de ese modo que los agentes químicos de fragancia proporcionados en la base acuosa se transporten a través de la pared de la cápsula. Como se describe adicionalmente, la selección de disolventes y agentes químicos de fragancia con los valores de Clog P correctos produce cápsulas con mayor carga de fragancia. La mayor carga de fragancia provoca mayor suministro de fragancia que los que era posible previamente con la fragancia proporcionada en la base acuosa o proporcionada en un aceite incluido en la base. Por ejemplo, cuando se emplean las cápsulas en un producto de suavizante de ropa, se descubrió que las cápsulas depositaban la fragancia, medida por la descomposición de las cápsulas y la medición de la fragancia en el espacio vacío en más de un 100 % mayor que la fragancia en solitario o las combinaciones de fragancia y disolvente depositadas en la misma prenda. En algunos casos, la medición en el espacio vacío indicó un aumento de más de un 200 e incluso de más de aproximadamente un 300 por ciento cuando se medía la fragancia en el espacio vacío cuando se empleaban las cápsulas con materiales de alto Clog P y/o disolventes adecuados en comparación con la fragancia o las combinaciones de fragancia y disolvente.

En otra realización, se coloca inicialmente un disolvente de sacrificio dentro de la cápsula. Un disolvente de sacrificio es un disolvente que tiene un valor de Clog P bajo de menos de aproximadamente 3; generalmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 2,75, preferiblemente de aproximadamente 1,25 a aproximadamente 2,5 y mucho más preferiblemente de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 2. Si el Clog P del disolvente de sacrificio es demasiado bajo, los disolventes de sacrificio se perderán en la fabricación de los materiales de cápsula. Los disolventes de sacrificio adecuados incluyen acetato de bencilo y octanol. El nivel de disolvente de sacrificio usado en el núcleo debe ser mayor de un 10 %, preferiblemente mayor de un 20 % y mucho más preferiblemente mayor de un 30 %. El resto del núcleo está compuesto preferiblemente de materiales que tiene un Clog P mayor de 3,3, y más preferiblemente mayor de 4,0, y mucho más preferiblemente mayor de 6,0.

La presente divulgación proporciona, además, pero no reivindica, un método de fabricación de materiales de fragancia en cápsula dentro de la cápsula, que comprende las etapas de:

proporcionar un disolvente de sacrificio que tiene un valor de Clog P de aproximadamente 1 a aproximadamente 3 en el núcleo de la cápsula a un nivel de al menos un 10 %;
encapsular el núcleo que contiene disolvente de sacrificio con un material de encapsulación permeable;

proporcionar el núcleo que contiene disolvente de sacrificio encapsulado en un entorno líquido que contiene materiales de fragancia;
 permitir que las cápsulas que contiene el disolvente de sacrificio lleguen a equilibrio con el entorno que contiene los materiales de fragancia de alto Clog P;
 5 por lo que al menos un 20 por ciento en peso del disolvente de sacrificio migra de la cápsula al entorno.

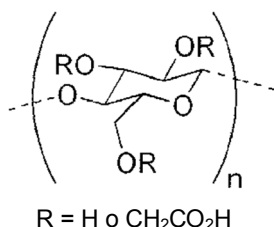
Preferiblemente, más de un 30 y más de un 40 por ciento en peso del disolvente de sacrificio migrará de las cápsulas al entorno, permitiendo de ese modo que las cápsulas aumenten el nivel de material de fragancia dentro de la cápsula en más de un 10 por ciento en peso, preferiblemente más de un 20 y mucho más preferiblemente más de un 30 por ciento en peso sobre el peso original de los materiales de fragancia originalmente encontrados dentro de la cápsula.

El tiempo para esta migración del disolvente de sacrificio desde el interior de la cápsula permeable hasta el entorno, creando de ese modo espacio dentro de la cápsula para que migren los materiales de alto Clog P a la cápsula es tan corto como de siete a diez días. Se muestra una representación de este efecto en la figura 5, en la que los materiales de bajo Clog P migran más rápidamente desde el núcleo que aquellos materiales con valores de Clog P mayores. Esto significa que, en condiciones normales de fabricación del producto, transporte y distribución, el disolvente de sacrificio tendrá tiempo suficiente para migrar desde el interior de la cápsula, creando de ese modo volumen libre y permitiendo que los materiales de fragancia preferidos migren al interior. Por supuesto, periodos más largos de tiempo permitirán que mayores cantidades del disolvente de sacrificio salgan a través de la pared de la cápsula y creen más volumen libre y finalmente se producirán un verdadero equilibrio donde a una temperatura dada, la migración del disolvente de sacrificio desde la cápsula y la migración del material de fragancia a la cápsula acabarán finalmente.

Una ventaja importante de la tecnología de migración es que las cápsulas que contiene disolvente de sacrificio pueden prepararse en grandes cantidades y colocarse en diversos entornos de fragancia. Esto significa que, mediante la selección apropiada de los materiales de fragancia, las cápsulas y el disolvente de sacrificio, pueden prepararse materiales de fragancia encapsulados sin tener que encapsular cada fragancia personalizada específica.

En la invención reivindicada, se proporciona una composición que contiene un material de fragancia que se encapsula por un polímero de poliurea. El polímero de poliurea contiene un poliisocianato y un agente reticulante, que es hexametildiamina. La fragancia encapsulada en polímero de poliurea se modifica adicionalmente con un polímero de carboximetilcelulosa.

El polímero de carboximetilcelulosa puede estar representado por la siguiente estructura:



Estructura esquemática de carboximetilcelulosa (CMC)

El polímero de carboximetilcelulosa tiene un intervalo de masa molecular entre aproximadamente 90 000 Daltons y 1 500 000 Daltons, más preferiblemente entre aproximadamente 250 000 Daltons y 750 000 Daltons y mucho más preferiblemente entre 400 000 Daltons y 750 000 Daltons.

El polímero de carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 3, más preferiblemente entre aproximadamente 0,65 y aproximadamente 1,4 y mucho preferiblemente entre aproximadamente 0,8 y aproximadamente 1,0.

La solución de polímero de carboximetilcelulosa está presente en la suspensión de cápsulas a un nivel de aproximadamente un 0,1 por ciento en peso a aproximadamente un 2 por ciento en peso y más preferiblemente de aproximadamente un 0,3 por ciento en peso a aproximadamente un 0,7 por ciento en peso.

La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede proporcionar una intensidad de fragancia percibida aumentada en más de aproximadamente un 15 % y más preferiblemente aumentada en más de aproximadamente un 25 %.

La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede incorporarse en un producto seleccionado del grupo que consiste en productos de cuidado personal, cuidado de ropa y limpieza. La fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede incorporarse en detergente y suavizante de

ropa. Por ejemplo, la fragancia encapsulada en poliurea modificada con carboximetilcelulosa puede usarse en suavizante de ropa para lavadoras de carga frontal de alta eficacia. La dosificación de la fragancia encapsulada en poliurea en el suavizante de ropa es de aproximadamente un 0,05 por ciento en peso a un 10 por ciento en peso, preferiblemente de un 0,2 por ciento en peso a aproximadamente un 5 por ciento en peso y mucho más preferiblemente de un 0,5 por ciento en peso a aproximadamente un 2 por ciento en peso. Un ejemplo de una lavadora de carga frontal de alta eficacia se fabrica por Miele, Alemania.

La presente divulgación proporciona, además, pero no reivindica, un proceso para la preparación de una suspensión de cápsulas de fragancia encapsulada, que comprende las etapas de preparar una emulsión de fragancia, en la que se combina una fragancia y poliisocianato para formar una fase oleosa; preparar una solución de tensioactivo; preparar una solución de carboximetilcelulosa; combinar la solución de tensioactivo y la solución de carboximetilcelulosa; emulsionar la fase oleosa en la solución de tensioactivo y la solución de carboximetilcelulosa para formar una emulsión de fragancia; añadir hexametildiamina a la emulsión de fragancia para formar una suspensión de cápsulas; y curar la suspensión de cápsulas a temperatura ambiente.

También se contempla que el polímero de carboximetilcelulosa puede añadirse como una etapa posterior a la adición después de formarse las cápsulas.

Como se usa en este documento, todos los porcentajes son porcentajes en peso salvo que se indique otra cosa, se entiende que ppm significa partes por millón, se entiende que ml es mililitro, se entiende que g es gramo y se entiende que mol es moles. Todos los materiales se presentan en porcentaje en peso salvo que se indique otra cosa. Como se usa en este documento, se entiende que todos los porcentajes son porcentajes en peso.

Los ejemplos 1-21 no son de acuerdo con la invención.

Ejemplo 1. Preparación de cápsula de poliurea con acetato de bencilo

Etapla 1. Preparación de la emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de acetato de bencilo (BA, ClogP de 1,79) se pesaron y combinaron con 9,6 g de monómero de isocianato, Lupranate ®M20 (BASF corporation, Wyandotte, MI, USA) para formar la fase oleosa. En un vaso de precipitados diferente, una solución de tensioactivo al 3 % (160 g) se preparó disolviendo una cantidad suficiente de Mowet D-425 (Akzo Nobel, Fort Worth, TX, EE: UU.) en agua DI.

La fase oleosa entonces se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte (Ultra Turrax®, T25 Basic, IKA® WERKE) a 6500 rpm durante dos minutos.

Etapla 2. Formación de cápsulas de fragancia. La emulsión de BA preparada en la etapa 1 se puso en un recipiente de fondo redondo y al que se añadieron 10,8 g de hexametildiamina (HMDA) al 40 % (INVISTA, Wichita, KS, EE. UU.) en mezcla constante con una mezcladora suspendida. La formación de cápsula fue visible inmediatamente por microscopia óptica. La velocidad de la mezcladora se redujo después de completarse la adición de HMDA. La suspensión de cápsulas se curó a temperatura ambiente durante tres horas.

La cápsula puede variar de tamaño submicrométrico a cientos de micrómetros dependiendo del emulsionante y las tasas de corte usadas.

Otros monómeros de isocianato tales como PAPI* 27 (Dow Chemical, Midland, MI), Mondur MR (Bayer), Mondur MR Light (Bayer) y poli[(fenilisocianato)-co-formaldehído] (Aldrich Chemical, Milwaukee, WI) pueden usarse en lugar de Lupranate M20. Estos poliisocianatos pueden usarse indistintamente.

La cantidad de Morwet D-425 también puede variarse de un 0,5 a un 4 % dependiendo de la necesidad de la formulación.

Ejemplo 2. Preparación de cápsula de poliurea con una fragancia completa

Etapla 1. Preparación de emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de mezcla de fragancia que contenía una fragancia comercial Fresh Zion (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ) y Neobee (50/50) se pesaron y combinaron con 9,8 g de Lupranate ®M20 y 1,6 g de Witconol TD-60 para formar la fase oleosa. Una solución de tensioactivo (D-425) al 3 % (160 g) se preparó de acuerdo con ejemplo 1. La fase oleosa se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte a 6500 rpm durante dos minutos.

Etapla 2. Formación de cápsulas de fragancia. La cápsula de fragancia se formó inmediatamente después de la adición de HMDA como en el ejemplo 1 y fue evidente por observación microscópica. La suspensión de cápsula se curó a temperatura ambiente.

Ejemplo 3. Preparación de cápsula de poliurea con una fragancia completa con la adición de HMDA a temperatura elevada

5 Etapa 1. Preparación de emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de mezcla fragancia que contenía una fragancia comercial, Blue Touch Tom (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ) y Neobee (80/20) se pesaron y combinaron con 9,8 g de Lupranate ®M20 para formar la fase oleosa. Una solución de tensioactivo al 3 % (160 g) se preparó de acuerdo con ejemplo 1. La fase oleosa se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte a 6500 rpm durante dos minutos.

10 Etapa 2. Formación y curado de cápsulas de cápsulas de fragancia. La emulsión de fragancia se calentó hasta 35 °C antes de añadir gota a gota HMDA (10,8 g, 40 %). La cápsula de fragancia estuvo inmediatamente después de la adición de HMDA. La suspensión de cápsulas se transfirió a un recipiente de fondo redondo y la temperatura se elevó a 55 °C y mantuvo a 55 °C durante 2 horas.

15 Ejemplo 4. Preparación de cápsula de poliurea curada con una fragancia completa y adición de HMDA a temperatura elevada y curada a temperatura elevada

20 Etapa 1. Preparación de emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de mezcla de fragancia que contenía fragancia Blue Touch Tom (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ) y Neobee (80/20) se pesaron y combinaron con 9,8 g de Lupranate M20 para formar la fase oleosa. Una solución de tensioactivo al 3 % (160 g) se preparó de acuerdo con ejemplo 1. La fase oleosa se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte a 6500 rpm durante dos minutos.

25 Etapa 2. Formación y curado de cápsulas de cápsulas de fragancia. La emulsión de fragancia se calentó hasta 35 °C antes de añadir gota a gota HMDA (10,8 g, 40 %). La cápsula de fragancia estuvo inmediatamente después de la adición de HMDA. La suspensión de cápsulas se transfirió a un recipiente de fondo redondo y la temperatura se elevó a 55 °C y se mantuvo a 55 °C durante 2 horas y después a 90 °C durante 2 horas.

30 Ejemplo 5. Preparación de cápsula de poliurea curada con reticulantes adjuntos

35 Etapa 1. Preparación de emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de mezcla fragancia que contenía fragancia Blue Touch Tom (International Flavors & Fragrances Inc. Union Beach, NJ) y Neobee (80/20) se pesaron y combinaron con 9,8 g de Lupranate ®M20 para formar la fase oleosa. Una solución de tensioactivo al 3 % (160 g) se preparó de acuerdo con ejemplo 1. La fase oleosa se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte a 6500 rpm durante dos minutos.

40 Etapa 2. Formación y curado de cápsulas de cápsulas de fragancia. Una mezcla de HMDA (8,8 g, 40 %) y polieteramina, JEFFAMINE EDR-176 (0,88 g) (Huntsman, The Woodlands, TX) se usó como reactivo reticulante. La relación de HMDA a ERT-176 fue 80:20. La amina se añadió después de calentar la fragancia hasta 35 °C. Fueron evidentes cápsulas excelentes formadas por observación con microscopio. La suspensión de cápsulas se transfirió a un recipiente de fondo redondo y la temperatura se elevó a 55 °C y se mantuvo a 55 °C durante 2 horas.

Ejemplo 6. Preparación de cápsula de poliurea curada con materiales de pared poliméricos reducidos

45 Etapa 1. Preparación de emulsión de fragancia. Ciento veinte gramos de mezcla de fragancia que contenía fragancia Blue Touch Tom (International Flavors & Fragrances Inc. Union Beach, NJ) y Neobee (80/20) se pesaron y combinaron con 4,8 g de Lupranate ®M20 para formar la fase oleosa. Una solución de tensioactivo al 2 % (160 g) se preparó de acuerdo con ejemplo 1. La fase oleosa se emulsionó en la fase acuosa para formar la emulsión de fragancia en corte a 6500 rpm durante dos minutos.

50 Etapa 2. Formación y curado de cápsulas de cápsulas de fragancia. La emulsión de fragancia se calentó hasta 35 °C antes de añadir gota a gota HMDA (5,4 g, 40 %). Se formaron cápsulas inmediatamente. La suspensión se transfirió a un recipiente de fondo redondo y la temperatura se elevó a 55 °C y se mantuvo a 55 °C y después a 90 °C durante 2 horas.

55 Ejemplo 7. Preparación de cápsula de poliurea curada con menor materiales de pared poliméricos

Se repitieron los procesos del ejemplo 6 con 3,24 g (40 %) de Lupranate ®M20 y 1,5 g de HMDA al 40 %.

60 Ejemplo 8. Evaluación de la estabilidad de cápsulas de poliurea

65 Las cápsulas de poliurea preparadas del ejemplo 1 y 2 se incorporaron en una solución de tensioactivo catiónico al 9 % y se controló la filtración de ingredientes como una función del tiempo a temperatura elevada. Los resultados se dan en la figura 1. Puede observarse que más de un 75 % de ingredientes aún se retenía después de 4 semanas a 37 °C. Esto demuestra que las cápsulas de poliurea son bastante eficaces en retener tanto un único ingrediente de menor ClogP y materiales de fragancia completa.

Ejemplo 9. Rendimiento de encapsulación de cápsulas de poliurea

5 Se preparó suspensión de cápsulas de una fragancia disponible comercial, Blue Touch Tom, IFF, usando los procedimientos descritos en el ejemplo 3. La suspensión de cápsulas de fragancia se diluyó adicionalmente con agua destilada para producir una mezcla que contenía suspensión de cápsulas al 0,2 %. Se aplicó directamente un gramo de la suspensión de cápsulas diluida a cada lado de una muestra textil de tejido de 4 x 6. Se prepararon dos muestras. Las muestras textiles se secaron al aire durante la noche y el espacio vacío de las telas se analizó antes y después de agitación con rodamientos de bola de acero inoxidable para romper las cápsulas intactas. Los resultados se dan en la tabla 1.

Tabla 1. Resultados de ensayo de rendimiento de cápsulas de poliurea

	MUESTRA 1		MUESTRA 2	
	Sin agitar	Agitada	Sin agitar	Agitada
Espacio vacío	9695	35 518	8300	40 852
Relación de agitada/sin agitar	-	2,7	-	3,9

15 Puede verse claramente que hay un aumento drástico en el espacio vacío después de alterar las cápsulas por molienda. Esto demostró que puede conseguirse percepción de perfume aumentada una vez las cápsulas se depositan sobre el tejido y se rompen mediante fuerzas físicas.

Ejemplo 10. Demostración del rendimiento de perfume de cápsulas de poliurea

20 Para establecer el rendimiento de las cápsulas de poliurea, la suspensión de cápsulas preparada en el ejemplo 3 se mezcló en una solución de suavizante de modelo que contiene tensioactivo catiónico al 12 %. La carga de fragancia fue a un 1 % de equivalente neto. Para comparaciones, se preparó una solución similar usando fragancia neta al 1 %. El beneficio de perfume de las cápsulas se evaluó realizando un experimento de lavado de ropa usando protocolos experimentales aceptados usando lavadora europea. Se usaron torres Terry para los experimentos de lavado y se secaron al aire durante la noche antes de evaluarse por un panel de 12 críticos. La intensidad de fragancia se clasifica en una escala de LMS que varía de 0 a 30. Un valor numérico de 5 sugeriría que la tela produce únicamente intensidad muy débil, mientras que un valor de 30 indica que el objeto genera un fuerte olor. Los resultados están en la tabla 2.

Tabla 2: Contraste del rendimiento sensitivo de cápsulas con el de fragancia neta

Muestras	Intensidad prefrotado	Intensidad posfrotado	$I_{pre,cápsula}/I_{pre,neta}$	$I_{pos,cápsula}/I_{pos,neta}$
Neta	3,3	3,9		
Cápsula de poliurea	10,2	14,0	3,10	3,58

35 Es bastante evidente que las cápsulas de fragancia de poliurea producían una intensidad de fragancia mucho mayor en la fase de prefrotado y posfrotado. El aumento en la intensidad de fragancia es mucho más pronunciado en la fase de posfrotado. Esto demuestra que las cápsulas de fragancia de poliurea preparadas con la presente invención pueden retener la fragancia eficazmente y pueden suministrar todos los beneficios al consumidor de los productos de fragancia.

Ejemplo 11**Demostración de la robusta estabilidad en almacenamiento y perfil de liberación de fragancia favorable de las cápsulas de poliurea**

45 Este ejemplo demostrará al rendimiento superior de la cápsula de poliurea durante almacenamiento prolongado.

50 Para realizar el estudio, se prepararon dos suspensiones de cápsulas usando el proceso descrito en el ejemplo 3, pero usando una fragancia comercial, California (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ). La cápsula se mezcló en una solución de suavizante de modelo que contiene tensioactivo catiónico al 12 %. La carga de fragancia fue a un 1 % de equivalente neto en todos los casos. Las muestras se envejecieron a 37 °C durante hasta 9 semanas en un horno de temperatura controlada. Se realizaron experimentos de lavado de ropa y sensitivos según los protocolos del ejemplo 10 y los resultados se dan en la tabla 3.

Tabla 3: Contraste del rendimiento sensitivo de cápsulas con el de una fragancia neta después de almacenamiento prolongado

Muestras	Intensidad prefrotado	Intensidad posfrotado	$I_{pre,cápsula}/I_{pre,neta}$	$I_{pos,cápsula}/I_{pos,neta}$
Neta	3,2	3,3		

Cápsula de poliurea 1	7,0	15,7	2,18	4,75
Cápsula de poliurea 2	12,0	15,8	3,75	4,78

5 Está bastante claro que las cápsulas de fragancia de poliurea producían intensidad de fragancia mucho mayor en las fases de prefrotado y posfrotado incluso después de envejecer las muestras a 37 °C en horno durante 9 semanas. El aumento en la intensidad de fragancia es mucho más pronunciado en la fase de posfrotado. Esto demuestra que las cápsulas de fragancia de poliurea preparadas con la presente invención pueden retener la fragancia eficazmente y pueden suministrar todos los beneficios al consumidor de los productos de fragancia.

Ejemplo 12

10 Demostración del perfil de liberación de fragancia favorable en cápsulas de poliurea

Este ejemplo demostrará el rendimiento superior de la cápsula poliurea sobre cápsulas de melamina y formaldehído disponibles en el mercado de IFF.

15 Para realizar el estudio, se preparó suspensión de cápsulas usando el proceso descrito en el ejemplo 3 usando una fragancia comercial, Blue Touch Tom (IFF, Union Beach NJ). Se preparó suspensión de cápsulas usando la misma fragancia usando cápsulas de aminoplast patentadas y ampliamente usadas. Para realizar el estudio comparativo, la cápsula se mezcló en una solución de suavizante de modelo que contiene tensioactivo catiónico al 12 %. La carga de fragancia fue a un 1 % de equivalente neto en ambos casos. Se preparó una muestra de control usando fragancia neta a la misma carga. Se realizaron experimentos de lavado de ropa y sensitivos según los protocolos del ejemplo 20 10 y los resultados se dan en la tabla 4.

Tabla 4: Contraste del rendimiento sensitivo de cápsula de poliurea con el de cápsula de aminoplast

Muestras	Intensidad prefrotado	Intensidad posfrotado	$I_{pre,cápsula}/I_{pre,neta}$	$I_{pos,cápsula}/I_{pos,neta}$
Neta	3,3	3,9		
Cápsula de aminoplast	5,4	14,7	1,64	3,77
Cápsula de poliurea	10,2	14,0	3,09	3,59

25 Está bastante claro que las cápsulas de fragancia de poliurea producían intensidad de fragancia que es tres veces la de la neta y casi dos veces la de la cápsula de aminoplast en la fase de prefrotado. En la fase de posfrotado, también se produjo una intensidad de tres veces y comparable a la de la cápsula de aminoplast. Esto demuestra que las cápsulas de fragancia de poliurea preparadas con la presente invención pueden retener la fragancia eficazmente y tienen un perfil de liberación muy favorable que puede suministrar el beneficio de fragancia sin perturbación mecánica.

Ejemplo 13

35 Demostración del efecto de la temperatura de curado sobre el rendimiento de la cápsula

Este ejemplo demostrará los logros de la temperatura de curado sobre el rendimiento de la cápsula de poliurea durante almacenamientos prolongados.

40 Como las moléculas de fragancia son muy volátiles, es preferible que pueda desarrollarse un proceso de encapsulación que pueda ponerse en práctica a temperatura inferior manteniendo al mismo tiempo un buen rendimiento. En todos los documentos publicados, las cápsulas que funcionaban bien se curaron a temperatura elevada ya que una temperatura mayor forzaría una reacción química hacia mayor consumación, lo que da lugar a mejor estabilidad. Sin embargo, se descubrió sorprendentemente que las cápsulas de poliurea pueden funcionar muy bien a temperaturas de curado inferiores.

50 Para realizar el estudio, se prepararon cuatro suspensiones de cápsulas usando el proceso descrito en el ejemplo 3 usando una fragancia comercial, Blue Touch Tom (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ). Las cápsulas en primer lugar se curaron a 55 °C y después se curaron a 55, 65, 75 y 80 °C, respectivamente durante 2 horas más. Entonces se prepararon cuatro muestras mezclando las cápsulas en solución de suavizante de modelo que contiene tensioactivo catiónico al 24 %. La carga de fragancia fue a un 1 % de equivalente neto en todos los casos. Las muestras se envejecieron a 37 °C durante 8 semanas en un horno de temperatura controlada. Se realizaron experimentos de lavado de ropa y sensitivos según los protocolos del ejemplo 10 usando lavadoras estadounidenses y los resultados se dan en la tabla 5.

Tabla 5: Comparación del rendimiento sensitivo de cápsula de poliurea preparada a diferentes temperaturas de curado

Muestras	Intensidad prefrotado	Intensidad posfrotado	$I_{pre,cápsula}/I_{pre,neta}$	$I_{pos,cápsula}/I_{pos,neta}$
Neta	2,5	2,6		

cápsula curada a 55 °C	4,4	13,8	1,76	5,31
cápsula curada a 65 °C	3,3	12,3	1,32	4,73
cápsula curada a 75 °C	3,8	11,4	1,52	4,38
cápsula curada a 80 °C	3,2	10,5	1,28	4,03

Está bastante claro que las cápsulas de fragancia de poliurea curadas a 55 °C tienen mejor rendimiento sensitivo a largo plazo que las cápsulas que se curaron. Esto puede ser bastante importante para el suministro de fragancia ya que el grado de reacciones secundarias indeseables puede minimizarse a menor temperatura, que da lugar a mejor hedónica para el suministro de fragancia.

Ejemplo 14

Demostración del efecto de la temperatura de curado sobre el nivel de isocianato residual

Este ejemplo demuestra que la cantidad de isocianato residual puede reducirse aumentando la temperatura de curado. Esto facilitará el uso de cápsulas en alguna aplicación para el consumidor.

Para realizar los experimentos, se prepararon dos lotes de cápsulas usando los procedimientos resumidos en el ejemplo 4 y las cápsulas se curaron a 55 °C y 75 °C, respectivamente. La suspensión entonces se analizó para el isocianato residual (diisocianato de metilendifenilo, MDI) que está presente en el Lupranante®M20 original usando CG-EM. Se encontró que la muestra curada a 55 °C tiene un nivel de MDI de 548 ppm y se encontró que la muestra que se curó a 75 °C tiene un MDI residual de 110 ppm. Esto representa a reducción de un 400 %.

Ejemplo 15

Demostración del efecto de la tasa de corte sobre el nivel de isocianato residual

Este ejemplo demuestra que la cantidad de isocianato residual puede reducirse aumentando la tasa de corte durante la fabricación de la cápsula. Esto facilitará el uso de cápsulas en alguna aplicación para el consumidor.

Para realizar los experimentos, se prepararon dos lotes de cápsulas usando los procedimientos resumidos en el ejemplo 4 y las cápsulas se curaron a 55 °C durante dos horas. El lote n.º 1 se preparó usando una tasa de corte de 9500 rpm (Ultra Turrax®, T25 Basic, IKA® WERKE) y el lote n.º 2 se preparó usando una tasa de corte de 13 500 rpm. La suspensión entonces se analizó para el isocianato residual que está presente en el Lupranante®M20 original usando CG-EM. Se encontró que la muestra preparada a 9500 rpm tiene un nivel de MDI de 548 ppm y se encontró que la muestra preparada a 13 500 rpm tiene un MDI residual de 380 ppm. Esto representa una reducción de más de un 30 %.

Ejemplo 16

Demostración del efecto de añadir una cantidad en exceso de poliamina sobre la reducción del nivel de isocianato

Este ejemplo demuestra que la cantidad de MDI podría reducirse eficazmente añadiendo una cantidad en exceso de poliamina según requiera la estequiometría de la reacción. Esto permitirá el uso de cápsulas en algunas aplicaciones para el consumidor.

Para realizar los experimentos, se prepararon dos lotes de cápsulas usando los procedimientos resumidos en el ejemplo 3 y las cápsulas se curaron a 55 °C durante dos horas. Tanto el lote n.º 1 como el n.º 2 se prepararon usando una tasa de corte de 13 500 rpm (Ultra Turrax®, T25 Basic, IKA® WERKE. La cantidad de Lupranante M20 usada fue de 9,2 g en el lote n.º 1 con cantidad estequiométrica de HMDA, 10,8 g (40 %) añadida. La cantidad de HMDA se aumentó hasta 16,2 g (1,5 veces la requerida por la estequiometría) para el lote n.º 2. La suspensión entonces se analizó para el isocianato residual que está presente en el Lupranante®M20 original usando CG-EM. Se encontró que el lote n.º 1 tiene un nivel de MDI de 386 ppm y se encontró que el lote n.º 2 tiene un MDI residual de 263 ppm. Esto representa una reducción de más de un 30 %. Se espera que la cantidad residual de MDI pueda reducirse más añadiendo más HMDA o poliamina.

Ejemplo 17

Demostración del efecto sinérgico de mezclas dos dispersantes poliméricos, que da lugar a viscosidad reducida a temperatura elevada

Una característica física clave de una suspensión tal como suspensión de cápsulas es su viscosidad. Para que la suspensión de cápsulas sea útil, tiene ser fluida. Se encontró que una combinación de dispersantes daba lugar a un excelente perfil de reología de la suspensión de cápsulas.

Para ilustrar los efectos sinérgicos de mezclar dos dispersantes, se prepararon dos suspensiones de cápsulas usando el procedimiento resumido en el ejemplo 4, pero la temperatura de curado se aumentó hasta 90 °C. En la muestra uno, la suspensión de cápsulas contenía Morwet D-425 al 0,5 %, y en la muestra dos, la suspensión de cápsulas contenía una mezcla de Morwet D-425 al 0,5 % y poli(alcohol vinílico) PVA al 1,5 %, Mowiol 3-83 (Air Products, Allentown, PA, EE. UU.). El uso de PVA o D-425 en solitario dio lugar a viscosidad inaceptable a temperatura elevada tal como 90 °C.

Cuando las muestras se calentaron hasta 90 °C, la muestra n.º 1 se volvió bastante viscosa, mientras que la muestra n.º 2 permaneció bastante fluida. Después de que las muestras se enfriaran hasta temperatura ambiente, se midieron sus viscosidades con husillo n.º 3 a 30 rpm a 23 °C usando un reómetro programable Brookfield, DV-III ULTRA (Middleboro, Massachusetts, EE. UU.). Se encontró que la viscosidad de la muestra n.º 1 era de 986 cp, mientras que la de la muestra n.º 2 se midió en 17 cp. Los resultados demostraron claramente que el uso sinérgico de Morwet D-425 y Mowiol 3-83 puede dar lugar a la preparación de una suspensión con un excelente perfil de reología y facilita enormemente su uso.

Ejemplo 18

Demostración del beneficio de aplicación de cápsula de poliurea en aplicación doméstica tal como limpiadores de superficies duras

Este ejemplo ilustrará el rendimiento y los beneficios para el consumidor de cápsulas de poliurea en aplicaciones domésticas. Cuatro muestras con diferentes niveles de pared se prepararon para su evaluación y las fórmulas se dan en la tabla 6. Todas las cápsulas se curaron a 55 °C. La fragancia comercial, Fancy Lavender (International Flavors & Fragrances, Union Beach, NJ) se usó en todos los experimentos. Todas las cápsulas de poliurea se prepararon de acuerdo con los procedimientos resumidos en el ejemplo 4. Como la aplicación de cápsula de aminoplast se analizó previamente en los documentos de patente para aplicación de limpieza de superficies duras. También se preparó una cápsula de aminoplast con fines comparativos a un nivel de pared de polímero de aproximadamente un 4 %. Debe apreciarse que no podían prepararse cápsulas aminoplast con menores niveles de polímero en la pared a causa de la limitación de la formulación usando polímeros de aminoplast.

Tabla 6. Formulación de cápsulas de poliurea para aplicaciones de superficies duras

Muestras	Nivel de polímero en la pared (% de suspensión de cápsulas total)	Tamaño de partícula (micrómetros)
Cápsulas de aminoplast	4	8,6
Cápsula de poliurea-1W	4,2	6,5
Cápsula de poliurea-0,5W	2,1	7,2
Cápsula de poliurea-0,3W	1,3	6,6

Para realizar la evaluación, la suspensión de cápsulas se mezcló en una base de limpiador de superficies duras de modelo que típicamente contiene aproximadamente un 10 % de tensioactivo no iónico y catiónico. El pH de la formulación es aproximadamente 7. La cápsula de fragancia se dosificó a un 0,45 % de equivalentes de fragancia neta para dar un concentrado que se diluye adicionalmente hasta un 10 %. La evaluación sensitiva se hizo sobre baldosas de cerámica limpiadas obtenidas del Home Depot local. La dimensión de la baldosa es 30,48 cm x 30,48 cm (12" x 12"). Se aplicaron 0,5 gramos de producto diluido a cada baldosa y la baldosa se mantuvo en una caja cerrada para su evaluación en un periodo de tiempo dado. La intensidad de fragancia se evaluó reciente, 3 horas y 5 horas antes de que la superficie de la baldosa se perturbara por barrido con una escoba en diferente periodo de tiempo por un grupo de 25 panelistas formados usando la escala de LMS. Los resultados se dan en la tabla 7.

Tabla 7: Comparaciones de beneficios sensitivos de cápsulas de aminoplast y poliurea

Muestras	Tiempo de evaluación	Intensidad de fragancia
Cápsulas de aminoplast	Reciente	3,0
	3 h	3,1
	5 h	3,2
Cápsula de poliurea-1W	Reciente	2,53
	3 h	4,09
	5 h	4,82
Cápsula de poliurea-0,5W	Reciente	4,97
	3 h	4,98
	5 h	6,5

Cápsula de poliurea-0,3W	Reciente	6,84
	3 h.	10,16
	5 h.	12,36

5 Como puede verse claramente, las cápsulas de poliurea pudieron suministrar de forma constante más intensidad de fragancia que las cápsulas de aminoplast correspondientes. Además, la intensidad de fragancia aumentó según disminuía la cantidad de material de la pared en las cápsulas de poliurea. La cápsula hecha con menor polímero de pared podría suministrar el perfume más eficazmente que las cápsulas hechas con más materiales de pared con beneficios significativos para el consumidor. Dichas observaciones no habían analizado nunca en la bibliografía.

10 También se examinaron los perfiles de suministro de las cápsulas después de mantenerlas en la caja durante 24 h. Las baldosas secas se barrieron, 2 veces con escoba de mano a través de cada baldosa, 10 minutos antes de la evaluación para aumentar el espacio vacío. El panelista evaluó y marcó su clasificación usando la escala de LMS y los resultados se dan en la tabla 8.

Tabla 8: Comparaciones de beneficios sensitivos de cápsulas de aminoplast y poliurea después de 24 horas

Muestras	Intensidad prefrotado	Intensidad posfrotado
Cápsulas de aminoplast	3,2	14,0
Cápsula de poliurea-1W	3,2	13,8
Cápsula de poliurea-0,5W	5	14,5
Cápsula de poliurea-0,3W	7	13

15 Los resultados ilustran que las cápsulas de poliurea podían suministrar la misma cantidad de intensidad de fragancia que las cápsulas de aminoplast. Pero eran superiores en suministrar fragancia cuando no se aplica perturbación mecánica, que a menudo puede ser en caso en aplicaciones para los consumidores.

20 Ejemplo 20

Demostración del beneficio de aplicación de cápsula de poliurea en aplicación casera manipulando el tamaño de las cápsulas

25 Este resultado demostrará la aplicación de cápsula de poliurea manipulando el tamaño de la cápsula. Tres cápsulas de poliurea se prepararon con un peso de polímero de pared de un 0,8 %. Los tamaños de las cápsulas son 6,6, 12,0 y 24 micrómetros, respectivamente. La preparación de la muestra y la evaluación fueron iguales que en el ejemplo 18 excepto que se usaron seis baldosas para cada muestra y las muestras se mantuvieron en una cámara más grande. Estas muestras se evaluaron como muestras recientes, 5 horas después de la aplicación y los resultados se dan en la tabla 9.

Tabla 9: Beneficios sensitivos de cápsulas de poliurea con diferente tamaño de cápsula

Muestras	Intensidad reciente prefrotado,	Intensidad prefrotado, 5 h	Intensidad posfrotado, 5 h
Cápsula de poliurea, 24 µm	3,27	3,74	9,56
Cápsula de poliurea, 12,0 µm	5,41	5,79	10,09
Cápsula de poliurea, 6,6 µm	10,62	11,45	8,77

35 Se muestra claramente que la intensidad prefrotado aumentaba significativamente según disminuía el tamaño de la cápsula y las cápsulas de poliurea pueden suministrar excelentes beneficios para el consumidor sin y con abrasión.

Ejemplo 21 Preparación de cápsulas de poliurea de Blue Touch Tom (BTT) son recubrimiento polimérico

40 Etapa 1. Preparación de fase acuosa. Se añadieron 50 g de emulsionante D-425 al 6 % en peso (Akzo Nobel, Chicago IL) en 269,2 g de agua desionizada para formar la fase acuosa.

45 Etapa 2. Emulsión de fase acuosa y fase oleosa de fragancia. Se disolvieron 19,2 g de isocianato M20 (BASF, Alemania) en la mezcla de 192 g de Blue Touch Tom (disponible en el mercado de International Flavors & Fragrances Inc.) y 48 g de Neobee para formar la fase oleosa de fragancia. La fase acuosa y la fase oleosa de fragancia se homogeneizaron a 6500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

50 Etapa 3. Formación de cápsulas de fragancia. La emulsión preparada en la etapa 2 se puso en un recipiente de fondo redondo de 1000 ml y al que se añadieron 21,6 g de hexametildiamina al 40 % (HMDA disponible en el mercado de Invista, EE. UU.) en mezcla constante con una mezcladora suspendida según la emulsión se calentaba

hasta 35 °C. La temperatura de curado se calentó hasta 55 °C según se añadía completamente la solución de HMDA al recipiente. La suspensión de cápsulas se curó a 55 °C durante dos horas.

Ejemplo 22 Preparación y rendimiento sensitivo de recubrimiento con CMC en el proceso de cápsula de poliurea de BTT

Etapa 1. Preparación de fase acuosa. Se añadieron 210 g de solución acuosa de carboximetilcelulosa al 2 % en peso (CMC, Mw = 250 kDa) y 50 g de emulsionante D-425 al 6 % en peso en 59,2 g de agua DI para formar la fase acuosa. La estructura de CMC se presentó en la figura 1.

Etapa 2. Emulsión de fase acuosa y fase oleosa de fragancia. Se disolvieron 19,2 g de isocianato M20 en la mezcla de 192 g de Blue Touch Tom (disponible en el mercado de International Flavors & Fragrances Inc.) y 48 g de Neobee para formar la fase oleosa de fragancia. La fase acuosa y la fase oleosa de fragancia se homogeneizaron a 6500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

Etapa 3. Formación de cápsulas de fragancia. La emulsión preparada en la etapa 2 se puso en un recipiente de fondo redondo de 1000 ml y al que se añadieron 21,6 g de hexametildiamina al 40 % (HMDA) en mezcla constante con una mezcladora suspendida según se calentaba la emulsión hasta 35 °C. La temperatura de curado se calentó hasta 55 °C según se añadía completamente la solución de HMDA al recipiente. La suspensión de cápsulas se curó a 55 °C durante dos horas.

Este ejemplo demuestra que las cápsulas de PU recubiertas con polímero hidrófilo de CMC tenían mejor rendimiento sensitivo que las cápsulas de PU sin recubrimiento de CMC en sistema de lavado/tendido EU, como se muestra en la figura 2.

Ejemplo 23 Preparación y rendimiento sensitivo de recubrimiento con CMC al 0,5 % de cápsulas de poliurea de BTT con diferentes tasas de corte

Se repitió el ejemplo 2 con tres tasas de corte diferentes de 6500 rpm, 9500 rpm y 13500 rpm. Este ejemplo demuestra que una menor tasa de corte de 6500 rpm y 9500 rpm proporciona rendimiento sensitivo mejorado que una mayor tasa de corte de 13 500 rpm, como se muestra en la figura 3.

Ejemplo 24 Preparación y rendimiento sensitivo de recubrimiento con CMC de cápsulas de poliurea de BTT con diferentes masas moléculas de CMC

Se repitió el ejemplo 2 con tres masas moleculares de CMC diferentes de 90 000 Da, 250 000 Da, 700 000 Da en 9500 rpm de homogeneización. Este ejemplo demuestra que cápsulas de PU recubiertas con CMC de mayor masa molecular pueden dar lugar a un mejor rendimiento sensitivo como se muestra en la figura 4.

Ejemplo 25 Preparación y rendimiento sensitivo de recubrimiento con CMC de cápsulas de poliurea de BTT con diferentes grados de sustitución de CMC de 250 kDa

Se repitió el ejemplo 2 con tres grados diferentes de sustitución (DS) de 0,7, 0,9 y 1,2. Este ejemplo demuestra el efecto del grado de sustitución sobre el rendimiento sensitivo. Las cápsulas de PU recubiertas con CMC 0,9 DS tenían mejor rendimiento sensitivo que cápsulas de PU recubiertas con 0,7 DS o 1,2 DS, como se muestra en la figura 5.

Ejemplo 27 Preparación y rendimiento sensitivo de recubrimiento con CMC de cápsulas de poliurea de Relaxscent

La preparación del recubrimiento con CMC de cápsulas de poliurea de Relaxscent se realizó siguiendo las etapas del ejemplo 2. Este ejemplo demuestra que el recubrimiento con CMC al 0,7 % en peso (Mw = 250 kDa) de cápsulas de PU cargadas con fragancia Relaxscent (disponible en el mercado de International Flavors & Fragrances Inc.) tiene mejor rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU que las cápsulas de PU sin recubrimiento con CMC como se muestra en la figura 7.

Ejemplo 29 Demostración del efecto de la tasa de corte sobre el rendimiento sensitivo del lavado y tendido europeo de cápsulas de PU postratadas con CMC

El siguiente es el procedimiento de funcionamiento convencional para lavado europeo:

Insertar 14 paños para la cara y 3 toallas de baño en lavadora (salvo que se indique otra cosa)

Configurar AUTOMÁTICO, 113 minutos 900 rpm.

Insertar 85 g de detergente en polvo sin fragancia y suavizante de ropa en la cubeta antes de iniciar la lavadora. (Detergente en ranura central y suavizante de ropa en ranura izquierda.) AHORA PRESIONAR INICIO. Nota: Fabcon se dispensará durante el primer ciclo de aclarado.

Al final del lavado, aclarar las lavadoras, ajuste EXPRES. También aclarar las cubetas usando cantidades copiosas de agua caliente en el drenaje.

5 Para realizar el efecto de la concentración de CMC, se fabricaron cápsulas de PU recubiertas con CMC a 9500 rpm son CMC y con un 0,3 % y un 0,4 % de Dow CMC 5000PA siguiendo el procedimiento del ejemplo 2. Se usó fragancia JILLZ (disponible en el mercado de International Flavors & Fragrances Inc) para este ejemplo. Este ejemplo demuestra que cápsulas de PU recubiertas con mayor concentración de CMC al 0,4 % pueden comportarse con mejor rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU que las cápsulas de PU recubiertas con CMC al 0,3 % como se muestra en la figura 9.

Ejemplo 30 Demostración del rendimiento sensitivo de lavado/tendido estadounidense de cápsulas de PU son CMC y con recubrimiento de CMC

15 El siguiente es el procedimiento de funcionamiento convencional para el sistema de lavado y tendido estadounidense:

Configurar 14 minutos (ultralimpio), carga grande, CALIENTE/FRÍO, un aclarado, lavado normal.

Insertar 40 g de detergente concentrado sin fragancia

20 Permitir que la lavadora se llene a la mitad y añadir 14 paños para la cara y 4 toallas de baño.

Añadir suavizante para ropa durante el ciclo de aclarado. Asegurar que la lavadora está llena al menos a la mitad según se vierte el suavizante para ropa directamente en el agua.

Una vez acabada la carga ACLARAR las lavaduras a 6 minutos, carga grande, CALIENTE/FRÍO, un aclarado, lavado normal.

25 Para estudiar el efecto del recubrimiento con CMC sobre el rendimiento sensitivo de cápsulas de PU recubiertas con CMC en lavado/tendido estadounidense, se fabricaron cápsulas de PU son recubrimiento de CMC a 9500 rpm siguiendo el procedimiento del ejemplo 1, con CMC al 0,7 % (Aldrich, 250 kDa) y con CMC al 0,4 % (Dow, 50000PA) siguiendo el procedimiento del ejemplo 2.

30 En la figura 11, este ejemplo demuestras que el rendimiento sensitivo en lavado/tendido estadounidense de las cápsulas de PU recubiertas con CMC puede mejorarse significativamente en un 40 %~60 %. Además, las cápsulas de PU con recubrimiento de Dow CMC 50000PA tenían mejor rendimiento sensitivo que las cápsulas de PU con Aldrich CMC 250 kDa.

Ejemplo 31 Demostración de la estabilidad de envejecimiento de cápsulas de PU recubiertas con CMC de alta carga

40 Para realizar el efecto del envejecimiento sobre la estabilidad del rendimiento sensitivo de las cápsulas de PU recubiertas con CMC con diferentes niveles de carga de fragancia mayor, se fabricaron cápsulas de PU siguiendo el ejemplo 12. Entonces se envejecieron muestras de cápsula de PU a 37 °C en horno durante 6 semanas como se enumera en la tabla 10.

45 Este ejemplo demuestra que las cápsulas de PU con recubrimiento de CMC envejecidas puede comportarse con rendimiento sensitivo estable en lavado/tendido estadounidense en comparación con la muestra de cápsula de PU sin envejecimiento como se muestra en la figura 13. Las cápsulas de PU envejecidas 6 semanas con carga de un 32 % y un 36 % puede tener mejor rendimiento sensitivo en lavado/tendido estadounidense que las cápsulas de PU envejecidas 6 semanas sin recubrimiento de CMC. Las cápsulas de PU envejecidas 6 semanas con carga de un 40 % tienen rendimiento sensitivo comparable a las cápsulas de PU envejecidas 6 semanas sin CMC.

Tabla 10 Formulación de cápsulas de PU envejecidas 6 semanas con recubrimiento de CMC y diferente carga de fragancia

Muestra	0 semanas 40 %0,3 % de CMC	6 semanas 32 % sin CMC	6 semanas 32 % 0,3 % de CMC	6 semanas 36 % 0,3 % de CMC	6 semanas 40 % 0,3 % de CMC
CMC (5000PA)	0,3 %	No	0,3 %	0,3 %	0,3 %
Carga de fragancia	40 %	32 %	32 %	36 %	40 %
Tiempo de envejecimiento	0	6 semanas	6 semanas	6 semanas	6 semanas

55 De acuerdo con la invención reivindicada, una composición de fragancia encapsulada comprende un material de fragancia; dicho material de fragancia encapsulado por un polímero de poliurea, en la que el polímero de poliurea comprende un poliisocianato y un agente reticulante, para proporcionar una fragancia encapsulada en polímero de

poliurea; y la fragancia encapsulada en polímero de poliurea se modifica además con un polímero de carboximetilcelulosa.

5 El agente reticulante es hexametildiamina.

El poliisocianato tiene una masa molecular promedio de aproximadamente 275 a aproximadamente 500. El poliisocianato puede ser isocianato M20.

10 El polímero de carboximetilcelulosa puede tener un intervalo de masa molecular entre aproximadamente 90 000 Daltons y 1 500 000 Daltons, o entre aproximadamente 250 000 Daltons y 750 000 Daltons.

El polímero de carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 3, o entre aproximadamente 0,65 y aproximadamente 1,4, o entre aproximadamente 0,8 y aproximadamente 1,0.

15 La solución de polímero de carboximetilcelulosa puede estar presente en un nivel de aproximadamente un 0,1 por ciento en peso a aproximadamente un 2 por ciento en peso, o en un nivel de aproximadamente un 0,3 por ciento en peso a aproximadamente un 0,7 por ciento en peso.

20 La composición puede tener una intensidad de fragancia percibida por el consumidor aumentada en más de aproximadamente un 15 %, o en más de aproximadamente un 25 %.

25 La composición puede incorporarse en un producto seleccionado del grupo que consiste en un producto de cuidado personal, cuidado de ropa y limpieza, y el producto de cuidado personal puede seleccionarse del grupo que consiste en champús para el cabello, acondicionadores para el cabello, jabones de barra y jabones corporales.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición de fragancia encapsulada que comprende un material de fragancia; dicho material de fragancia encapsulado por un polímero de poliurea, en la que el polímero de poliurea comprende un poliisocianato y un agente reticulante, para proporcionar una fragancia encapsulada en polímero de poliurea;
- 10 en la que la fragancia encapsulada en polímero de poliurea se modifica además con un polímero de carboximetilcelulosa;
- en la que el poliisocianato tiene una masa molecular promedio de 275 a 500; y
- en la que el agente reticulante es hexametildiamina.
- 15 2. La composición de cualquier reivindicación precedente, en la que el polímero de carboximetilcelulosa tiene un intervalo de masa molecular entre 90 000 Daltons y 1 500 000 Daltons.
3. La composición de la reivindicación 2, en la que el polímero de carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución entre 0,1 y 3.
- 20 4. La composición de cualquier reivindicación precedente, que se incorpora en un producto seleccionado del grupo que consiste en un producto de cuidado personal, cuidado de ropa y limpieza.
5. La composición de la reivindicación 4, en la que el producto de cuidado personal se selecciona del grupo que consiste en champús para el cabello, acondicionadores para el cabello, jabones de barra y jabones corporales.

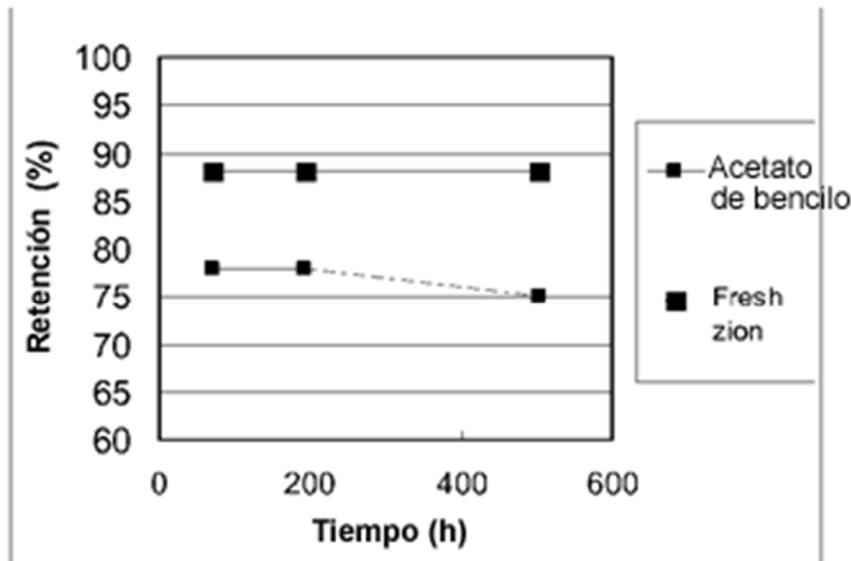


Figura 1. Retención de acetato de bencilo activo y Fresh Zion en cápsulas de poliurea durante almacenamiento.

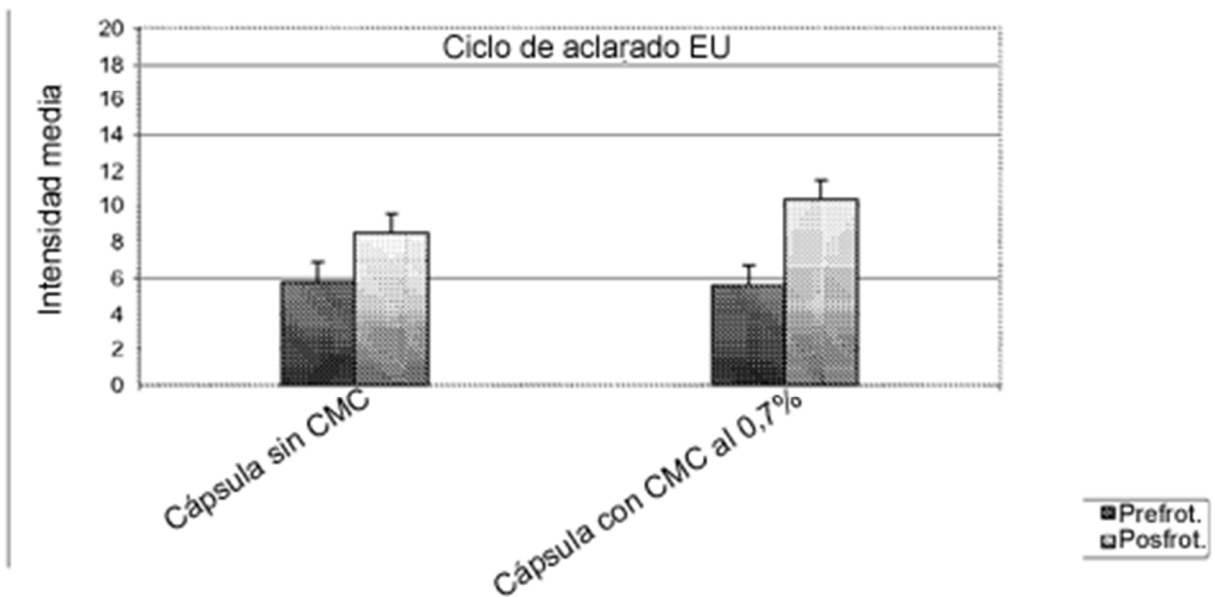


Figura 2. Rendimiento sensitivo de cápsulas de PU en lavado/tendido EU sin recubrimiento de CMC y con recubrimiento de CMC al 0,7%

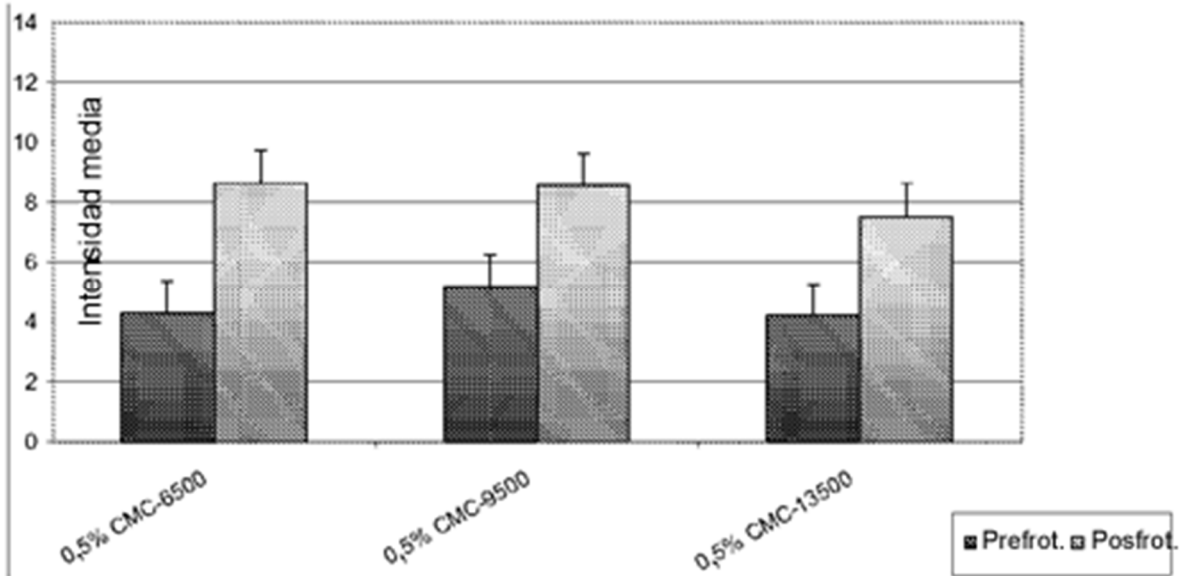


Figura 3. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU de cápsulas de PU con CMC al 0,5% preparadas a tres tasas de corte diferentes de 6500 rpm, 9500 rpm y 13 500 rpm

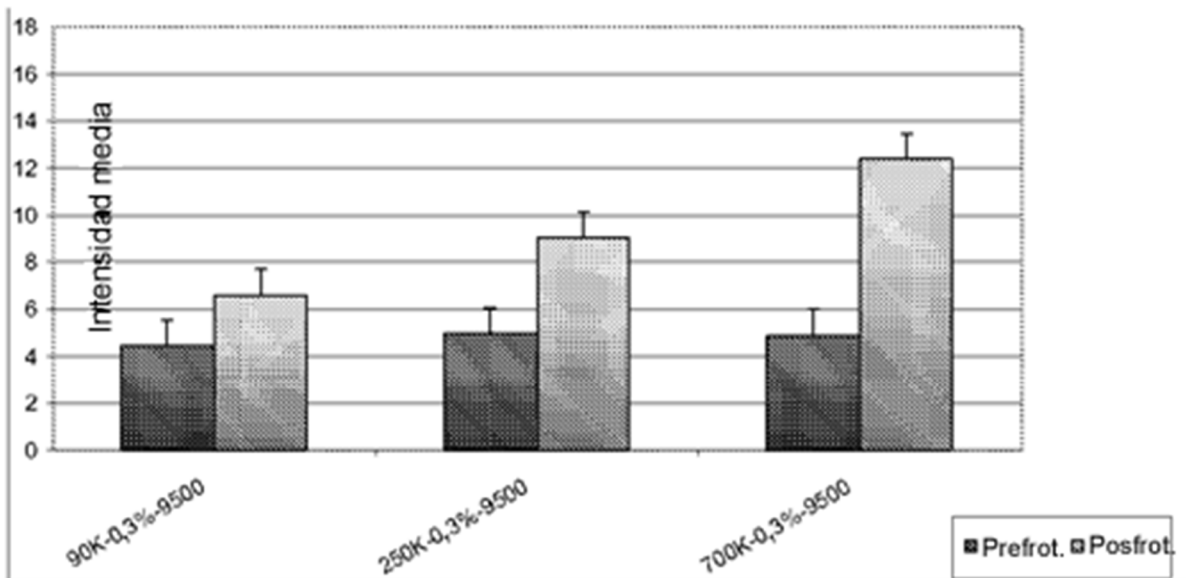


Figura 4. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU de cápsulas de PU con CMC de tres masas moleculares diferentes de 90 kDa, 250 kDa y 700 kDa

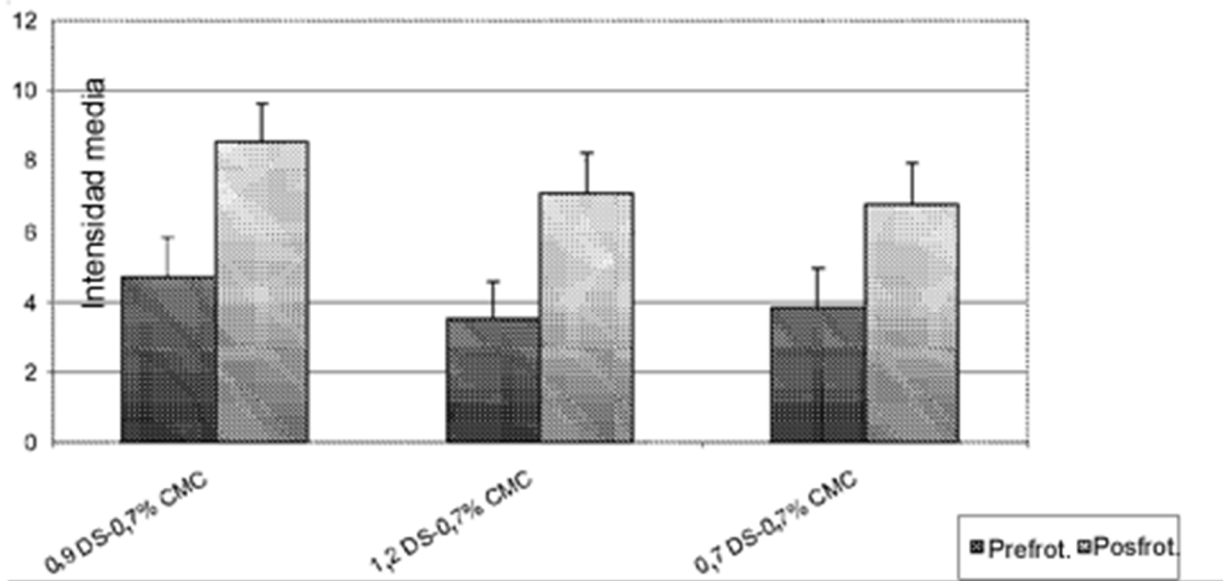


Figura 5. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU de cápsulas de PU con tres grados de sustitución (DS) de CMC de 0,7, 0,9 y 1,2

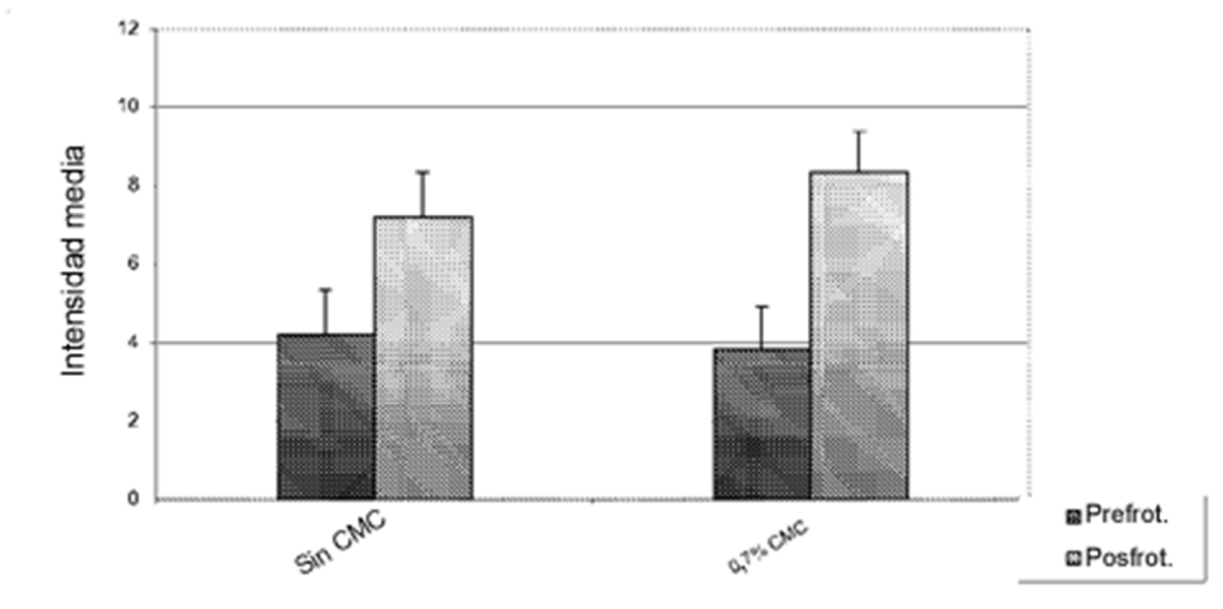


Figura 6. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU de cápsulas de PU cargadas con Relaxcent sin CMC y con CMC al 0,7% de $M_w=250kDa$

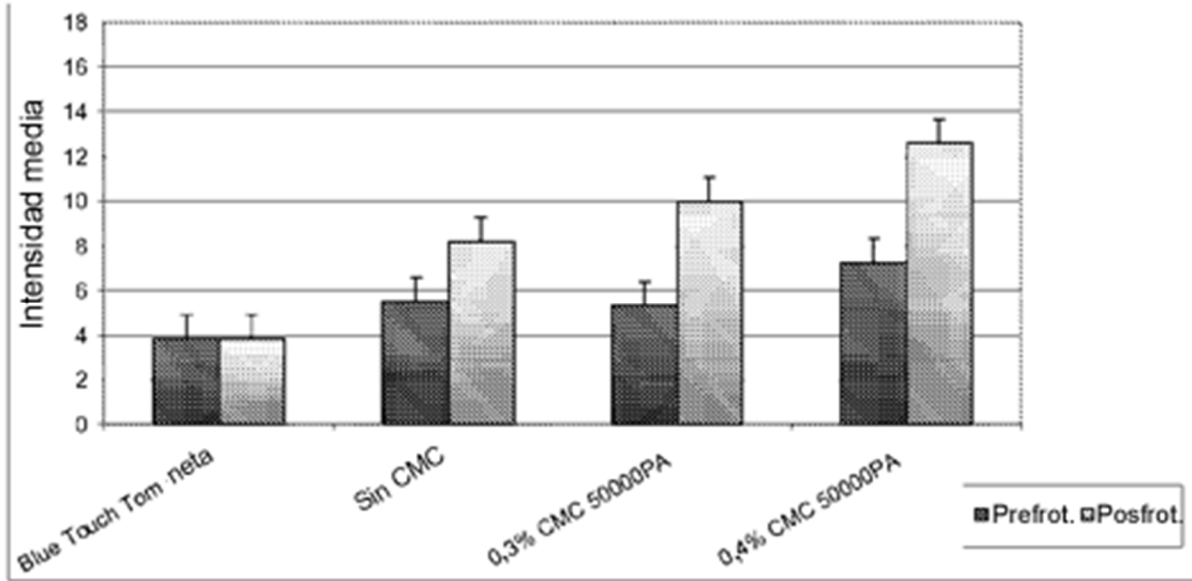


Figura 7. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EU de cápsulas de PU con fragancia Blue Touch Tome sin CMC y con CMC al 0,3% y 0,4% (Dow 50000PA) frente a fragancia neta

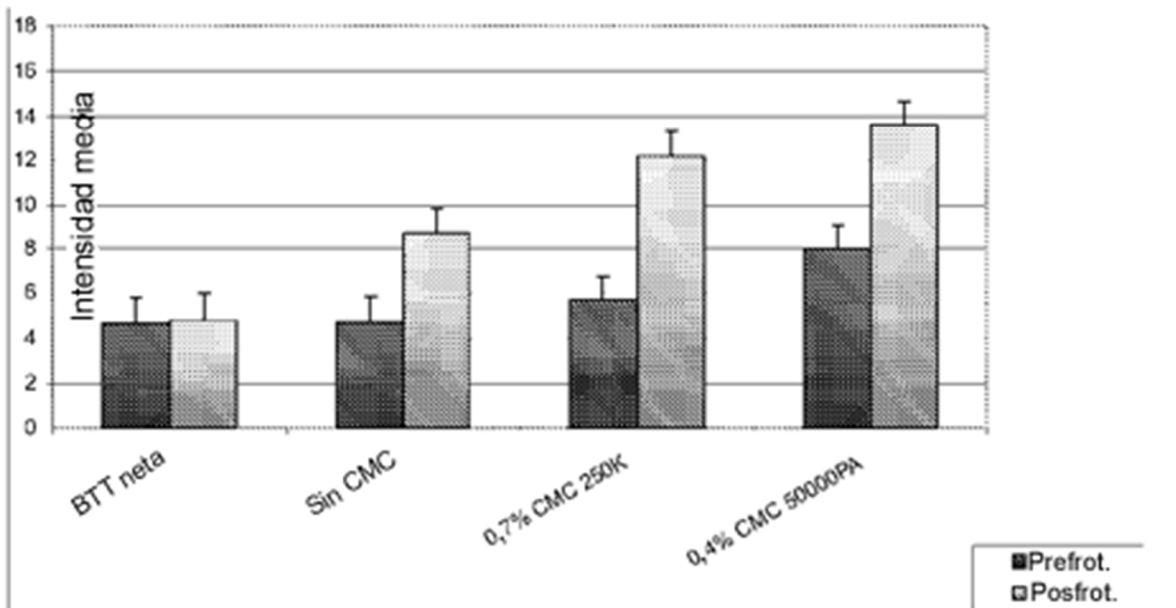


Figura 8. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EE.UU. de cápsulas de PU con fragancia BTT neta sin recubrimiento de CMC, con CMC al 0,7% (Aldrich 250k) y CMC al 0,4% (Dow,50000PA)

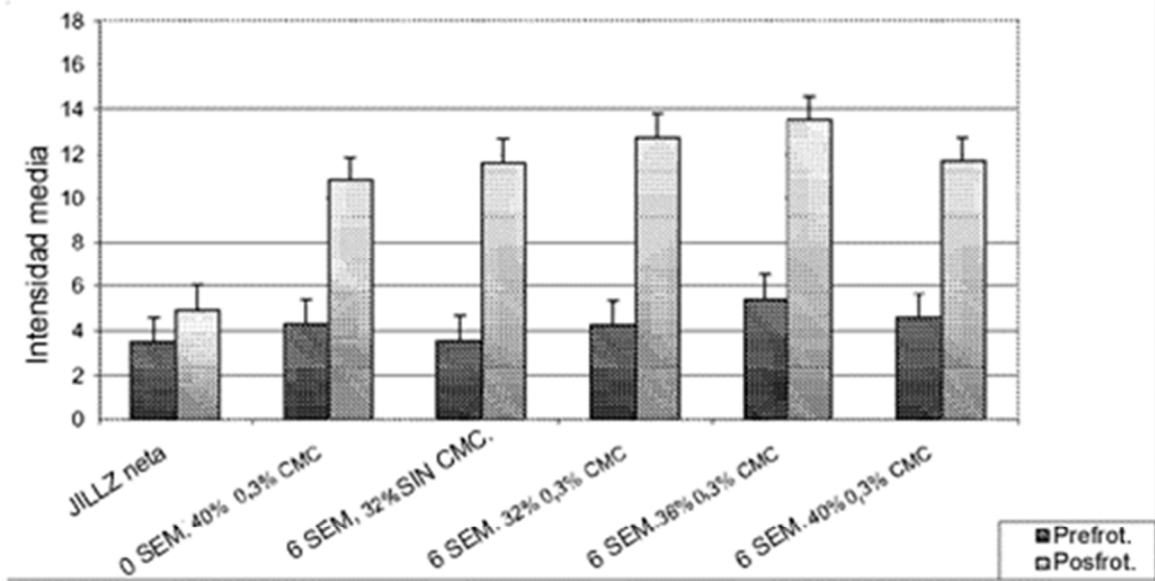


Figura 9. Rendimiento sensitivo en lavado/tendido EE.UU. de fragancia neta, fragancia 0 JILLZ 40% 0,3% de CMC, 6 SEM. 32% sin CMC, 6 SEM. 32% 0.3% de CMC, 6 SEM. 36% 0,3% de CMC y 6 SEM. 40% 0,3% de CMC