

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 673**

51 Int. Cl.:

<b>A61K 9/00</b>	(2006.01)	<b>C11B 9/00</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/02</b>	(2006.01)	<b>C11D 3/50</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/11</b>	(2006.01)		
<b>A61Q 5/02</b>	(2006.01)		
<b>A61Q 13/00</b>	(2006.01)		
<b>A61Q 5/12</b>	(2006.01)		
<b>A61Q 19/10</b>	(2006.01)		
<b>A61K 8/81</b>	(2006.01)		
<b>A61K 8/73</b>	(2006.01)		
<b>A61Q 15/00</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.07.2013 PCT/US2013/050054**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **16.01.2014 WO14011860**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2013 E 13817113 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2872118**

54 Título: **Cápsula de fragancia de hidrogel, formulaciones y procedimiento para preparar la misma**

30 Prioridad:

**13.07.2012 US 201261671258 P**

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

**24.06.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LEI, YABIN;  
LU, XIHUA;  
JOYCE, CAROL y  
XU, LI**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o  
Bemerkungen) en el folleto original publicado por  
la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 717 673 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

Cápsula de fragancia de hidrogel, formulaciones y procedimiento para preparar la misma

## Introducción

5 Esta solicitud reivindica beneficio de la Solicitud de Patente Provisional de EE.UU. Nº de Serie 61/671.258, presentada el 13 de julio de 2012.

## Antecedentes

10 Para la protección de compuestos químicos valiosos tales como fragancias u odorantes, el uso de la encapsulación se está considerando cada vez más o ya se está poniendo en práctica. La encapsulación se refiere a procesos mediante los cuales un ingrediente activo se coloca en una forma estabilizada con el fin de permitir que se almacene de forma conveniente o se proteja de condiciones desfavorables, hasta que se necesite. La liberación del ingrediente activo de la forma protegida puede ser rápida (tal como mediante trituración o ingestión) o gradual (tal como por disolución, difusión o biodegradación). De esta manera, es posible maximizar la efectividad del ingrediente activo al garantizar que se libere en el momento adecuado.

15 El término "microcápsula" se ha utilizado para describir partículas pequeñas o perlas, que varían en tamaño desde menos de una micra hasta varios milímetros, las cuales pueden contener una amplia diversidad de ingredientes activos (Thies (1994) *Today's Chemist* Nov. pág. 40; Goodwin (1974) *Chemtech Magazine* Octubre págs. 623-626). Las microcápsulas se pueden dividir en dos grandes grupos: (1) microcápsulas de tipo "agregado" que tienen el ingrediente activo dispersado uniformemente por toda la matriz continua. La matriz puede ser un polímero sólido seco o un gel expandido con disolvente. En el caso de que el gel se expanda con agua, se aplica el término "hidrogel". Los sistemas de encapsulación de hidrogel de este tipo se han descrito y generalmente se basan en formas reticuladas de polímeros hidrosolubles, tales como alginato, gelatina, pectina, agar, gellan o almidón (Sanderson, et al. (1989) *Cereal Foods World* 34 (12):993-998). (2) Microcápsulas "mononucleares", por otro lado, están compuestas de materiales que muestran una verdadera morfología de "envolvente-núcleo". Son similares a un huevo, porque tienen una envolvente sólida o membrana flexible que rodea a un núcleo que puede ser un líquido, un sólido o incluso un gel.

20

25

El documento US 3.808.686 describe la preparación de una solución orgánica de un polímero hidrofílico insoluble en agua y soluble en disolvente orgánico para aplicación a prótesis dentales para eliminar el aliento de la dentadura postiza. Sin embargo, esta preparación es estrictamente un sistema basado en matriz, en el que el ingrediente activo queda atrapado mediante absorción física, que no es adecuado para aplicaciones de consumo, tales como el cuidado personal y el tejido.

30

El documento US 3.660.563 describe polímeros hidrosolubles que contienen fragancias, fármacos, jabones, etc. atrapados en ellos. Sin embargo, este es un sistema basado en partículas que no sería capaz de retener el aceite de fragancia en una base.

35 El documento EP 1146057 describe nanopartículas poliméricas reticuladas para transportar ingredientes para el cuidado de la piel, *p. ej.*, fragancias, aceites esenciales, etc. e ingredientes alimentarios. Sin embargo, este es, según se reivindica, un enfoque de partículas, en el que la fragancia se carga *in situ* y el tamaño de partícula está en el intervalo de nanómetros, lo que tendría una estabilidad deficiente en el cuidado personal y en la aplicación de tejidos.

40 El documento US 2002/0050659 enseña hidrocápsulas para encapsular un líquido, *p. ej.*, una solución, fluido, suspensión densa, pasta o suspensión. Sin embargo, las hidrocápsulas de este documento están coextrudidas y tienen una baja capacidad de carga y estabilidad.

45 El documento US 2012/0058929 enseña un sistema portador de microcápsulas para fragancias, en el que el núcleo de la microcápsula está compuesto por una fragancia u olor y la envolvente se obtiene polimerizando uno o más ésteres alquílicos C1-C24 del ácido acrílico y/o ácido metacrílico; y metacrilato de metilo (MMA), diacrilato de 1,4-butanodiol (BDA), triacrilato de pentaertritol (PETIA) y/o dimetacrilato de etilenglicol (EDGMA). Sin embargo, las microcápsulas de esta referencia son pequeñas, tienen una estabilidad deficiente y tienen un alto nivel de material de pared de polímero en comparación con el material del núcleo.

## Sumario de la invención

50 Esta invención es una cápsula de hidrogel, un producto de consumo (*p. ej.*, un producto para el cuidado de la ropa, el cuidado personal, terapéutico, cosmético o cosmeceútico) que contiene la cápsula de hidrogel y un método para

preparar la cápsula de hidrogel. La cápsula de hidrogel de la invención está compuesta por una fragancia u odorante encapsulado en al menos un ácido acrílico o metacrílico polimerizado, o un éster del mismo, en donde la cápsula de hidrogel tiene un diámetro medio en el intervalo de 1 a 100  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 1 a 20  $\mu\text{m}$  y la fragancia u odorante está encapsulado en la cápsula de hidrogel durante la polimerización del ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo contenido en una fase oleosa a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa, y en donde la fase oleosa contiene la fragancia u odorante y el al menos un ácido acrílico o metacrílico o éster del mismo. En algunas realizaciones, el ácido acrílico o metacrílico polimerizable, o éster del mismo, es un acrilato o metacrilato multifuncional, *p. ej.*, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de poli(etilenglicol), diacrilato de poli(etilenglicol) o dimetacrilato de 1,6-hexandiol. y se polimeriza solo o se co-polimeriza con un metacrilato o acrilato monofuncional para formar la envoltura de la cápsula.

El método para producir la cápsula de hidrogel implica las etapas de (a) proporcionar una fase acuosa que comprende un emulsionante; (b) proporcionar una fase oleosa que comprende al menos un ácido acrílico o metacrílico, o un éster del mismo, a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa y una fragancia u odorante; (c) emulsionar la fase acuosa de (a) con la fase oleosa de (b) para producir una emulsión; (d) polimerizar la emulsión para producir una cápsula de hidrogel con una fragancia u odorante encapsulado en ella; (e) curar la cápsula de hidrogel a temperatura ambiente; y (f) curar la cápsula de hidrogel, *p. ej.*, a una temperatura elevada de al menos 40°C, o más preferiblemente en el intervalo de 55 a 95°C, o de 55 a 65°C.

También se proporcionan productos para el cuidado de la ropa, cuidado personal, terapéuticos, cosméticos o cosméticos que contienen la cápsula de hidrogel de esta invención.

#### 20 Breve Descripción de los Dibujos

La Figura 1 muestra la distribución del tamaño de partícula de las cápsulas de hidrogel de esta invención.

La Figura 2 muestra el comportamiento sensorial del desinfectante de manos de cápsulas de hidrógeno. n = 16.

La Figura 3 muestra el comportamiento sensorial de las cápsulas de hidrógeno en una formulación acondicionadora para el cabello.

25 La Figura 4 muestra el comportamiento sensorial de las cápsulas de hidrógeno en una formulación antitranspirante/desodorante roll-on.

#### Descripción Detallada de la Invención

Esta invención se refiere a un portador de cápsulas de hidrogel para fragancias u odorantes, a la producción del mismo y al uso del portador para proporcionar una fragancia u odorante a un producto para el cuidado de tejidos o un producto para el cuidado personal, *p. ej.*, acondicionador/champú para el cabello, loción corporal o refrescante del cabello, así como composiciones de lavado o limpieza para el lavado de ropa y el tratamiento de superficies. Las cápsulas de hidrogel de esta invención están compuestas de una fragancia u odorante encapsulado en al menos un ácido acrílico o metacrílico polimerizado, o un éster del mismo, en donde la fragancia u odorante está encapsulado en la cápsula de hidrogel durante la polimerización del ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo contenido en una fase oleosa a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa, y en donde la fase oleosa contiene la fragancia u odorante y el al menos un ácido acrílico o metacrílico o éster del mismo. Estas cápsulas de hidrogel permiten que se proporcione el ingrediente activo valioso ya distribuido de forma relativamente homogénea en una mezcla de uso, sin tener que exponerlo a los otros constituyentes durante el almacenamiento.

40 Por fragancia u odorante se entienden todas las sustancias orgánicas que tienen una propiedad olfativa deseada y son esencialmente no tóxicas. Esto incluye todas las fragancias u odorantes utilizados habitualmente en composiciones de lavado o limpieza o en perfumería e incluye mezclas o combinaciones de fragancias. Una fragancia u odorante puede ser un compuesto de origen natural, semisintético o sintético. Fragancias u odorantes preferidos pueden asignarse a las clases de sustancias de los hidrocarburos, aldehídos o ésteres. Las fragancias u odorantes también incluyen extractos naturales y/o esencias que pueden incluir mezclas complejas de constituyentes, tales como aceite de naranja, aceite de limón, extracto de rosa, lavanda, almizcle, pachulí, esencia de bálsamo, aceite de sándalo, aceite de pino y aceite de cedro.

50 Ejemplos no limitantes de fragancias u odorantes sintéticos y semisintéticos son: 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametilnaftaleno,  $\alpha$ -ionona,  $\beta$ -ionona,  $\gamma$ -ionona,  $\alpha$ -isometilionona, metil cedril cetona, dihidrojasmonato de metilo, metil 1,6,10-trimetil-2,5,9-ciclododecatrien-1-il cetona, 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametilтетралina, 4-acetil-6-terc.-butil-1,1-dimetilindano, hidroxifenilbutanona, benzofenona, metil  $\beta$ -naftil cetona, 6-acetil-1,1,2,3,3,5-hexametilindano, 5-acetil-3-isopropil-1,1,2,6-tetrametilindano, 1-dodecanal, 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído, 7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal, 10-undecen-1-al, isohexenilciclohexilcarboxaldehído, formiltriciclodecano, productos de

5 condensación de hidroxicitronelal y antranilato de metilo, productos de condensación de hidroxicitronelal e indol, productos de condensación de fenilacetaldehído e indol, 2-metil-3-(para-terc.-butilfenil)propionaldehído, etilvainillina, heliotropina, hexilcinamaldehído, amilcinamaldehído, 2-metil-2-(isopropilfenil)propionaldehído, cumarina, decalactona- $\gamma$ , ciclopentadecanolida, 16-hidroxi-9-hexadecenolactona, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta- $\gamma$ -2-benzopirano,  $\beta$ -naftol metil éter, ambroxán, dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1b]furano, cedrol, 5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-enil)-3-metilpentan-2-ol, 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol, alcohol de cariofileno, propionato de triciclodecenilo, acetato de triciclodecenilo, salicilato de bencilo, acetato de cedrilo y acetato de terc.-butilciclohexilo.

10 Ejemplos adicionales de fragancias u odorantes de uso en esta invención se describen, por ejemplo, en las patentes de EE. UU. N°s 6.143.707; 6,703,011; y 5.089.162; documentos EP 1 360 270 y WO 2009/027957.

Otras fragancias son los aceites esenciales, resinoides y resinas de una multitud de fuentes, tales como el bálsamo de Perú, resinoides de olibanum, styrax, resina de lánano, nuez moscada, aceite de casia, resina de benzoina, cilantro y lavandin. Fragancias adecuadas adicionales son: alcohol feniletílico, terpineol, linalool, acetato de linalilo, geraniol, nerol, acetato de 2-(1,1-dimetiletíl)ciclohexanol, acetato de bencilo y eugenol.

15 Las fragancias proporcionadas en la Tabla 1 están entre las adecuadas para su inclusión dentro de la cápsula de la presente invención.

Tabla 1

Ingrediente de perfume	ClogP
Propionato de alil ciclohexano	3,935
Ambretolida	6,261
Benzoato de amilo	3,417
Cinamato de amilo	3,771
Aldehído amilcinámico	4,324
Aldehído amilcinámico dimetil acetal	4,033
Salicilato de iso-amilo	4,601
AURANTIOL (antranilato de hidroxicitronelil-metilo)	4,216
Salicilato de bencilo	4,383
Acetato de para-terc.-butil ciclohexilo	4,019
Iso-butyl 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
Ciclamen aldehído	3,680
Difenil metano	4,059
Óxido de difenilo	4,240
Dodecalactona	4,359
ISO E SUPER (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 (ácido 15-hidroxentadecanoico, lactona)	5,346

## ES 2 717 673 T3

Ingrediente de perfume	ClogP
GALAXOLIDE (1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-gamma-2-benzopirano)	5,482
Antranilato de geranilo	4,216
Fenilacetato de geranilo	5,233
Hexadecanolida	6,805
Salicilato de hexenilo	4,716
Aldehído hexil cinámico	5,473
Salicilato de hexilo	5,260
Alfa-irona	3,820
LILIAL (aldehído para-butilo terciario-alfa-metil hidrocinámico)	3,858
Benzoato de linalilo	5,233
Metil dihidrojasmona	4,843
Gamma-n-metilonona	4,309
Almizcle indanone	5,458
Almizcle tibetina	3,831
Oxahexadecanolida-10	4,336
Oxahexadecanolida-11	4,336
Alcohol pachulí	4,530
PHANTOLIDE (5-acetil-1,1,2,3,3,6-hexametilindano)	5,977
Benzoato de feniletilo	4,058
Fenilacetato de feniletilo	3,767
Fenil heptanol	3,478
Alfa-santalol	3,800
THIBETOLIDE (ácido 15-hidroxipentadecanoico, lactona)	6,246
Delta-Undecalactona	3,830
Gamma-undecalactona	4,140
Acetato de vetiverilo	4,882
Ylangeno	6,268
Metil Beta Naptil Cetona	1,99
Terpeneol Couer	2,67
Geraniol	2,7
Dihidromircenol	2,99
Citronelol 950	3,3
Tetrahidromircenol	3,54

Se prefieren los materiales más altos de ClogP, lo que significa que se prefieren aquellos materiales con un valor de ClogP de 4,5 frente a aquellos materiales de fragancia con un ClogP de 4,0; y aquellos materiales con un valor de ClogP de 4,0 se prefieren frente a los materiales de fragancia con un ClogP de 3,3.

- 5 La formulación de fragancia de la presente invención tiene preferiblemente al menos aproximadamente 40 por ciento en peso de materiales con un ClogP mayor que 3,3, preferiblemente mayor que aproximadamente 80 y más preferiblemente mayor que aproximadamente 90 por ciento en peso de materiales con un ClogP mayor que 4,0.

En una realización adicional, la formulación de fragancia puede contener materiales de fragancia con un ClogP mayor que aproximadamente 1,5.

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

Materiales de fragancia preferidos tendrán tanto un ClogP alto como una alta presión de vapor. Entre los que tienen estas propiedades están: Para cymeno, Cafeno, Mandarinal Firm, Vivaldie, Terpineno, Verdox, Acetato de fenchilo, Isovalerato de ciclohexilo, Manzanato, Mirceno, Herbavert, Isobutirato de isobutilo, Tetrahidrocitral, Ocimene y Cariofileno.

Preferiblemente, la fragancia u odorante o la mezcla de fragancias u odorantes constituye al menos 50% en masa, preferiblemente 60 a 90% en masa, o más preferiblemente 70 a 80% en masa de la fase oleosa utilizada en la preparación de la cápsula de hidrogel de esta invención.

Con el fin de proporcionar el mayor impacto de fragancia de las cápsulas encapsuladas con fragancia depositadas sobre los diversos sustratos a los que se hace referencia en esta memoria, se prefiere que se utilicen materiales con una alta actividad de olor. Materiales con alta actividad de olor pueden ser detectados por receptores sensoriales a bajas concentraciones en el aire, proporcionando así una alta percepción de la fragancia desde los bajos niveles de cápsulas depositadas. Esta propiedad debe equilibrarse con la volatilidad tal como se describe en esta memoria. Algunos de los principios arriba mencionados se describen en la Patente de EE.UU. Nº 5.112.688.

El material polimerizable utilizado en la preparación de las cápsulas de hidrogel de esta invención es típicamente un ácido acrílico o metacrílico monofuncional o multifuncional, o un éster del mismo. Compuestos de este tipo son conocidos y se pueden utilizar en diversas proporciones como combinaciones o mezclas. Monómeros monofuncionales representativos que pueden emplearse de acuerdo con esta invención incluyen, pero no se limitan a ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilato de 2-hidroxiethyl, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de pentilo, acrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de heptilo, acrilato de octilo, acrilato de nonilo, acrilato de decilo, acrilato de dodecilo, acrilato de tetradecilo, acrilato de hexadecilo, acrilato de hexadecilo, acrilato de isopropilo, acrilato de isobutilo, acrilato de sec.-butilo, acrilato de 2-metilbutilo, acrilato de 3-metilbutilo, acrilato de 1-etilpropilo, acrilato de 2-metilpentilo, acrilato de 2-etilbutilo, acrilato de 1,3-dimetilbutilo, acrilato de 1-metilhexilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de 1-metilheptilo, acrilato de 4-etil-1-metiloctilo, acrilato de 4-etil-1,1-isobutilo, acrilato de alilo, acrilato de 2-metilalilo, acrilato de 1-metilalilo, acrilato de 2-butenilo, acrilato de 1,3-dimetil-3-dibutenilo, acrilato de 3,7-dimetil-7-octenilo, acrilato de 3,7-dimetil-2,6 octadienilo, acrilato de 3,7-dimetil-6-octenilo, acrilato de terc.-butilo. Monómeros de éster del ácido metacrílico representativos, que se pueden utilizar, incluyen metacrilato de 2-hidroxiethyl, metacrilato de glicidilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de isopropilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de sec.-butilo, metacrilato de terc-butilo, metacrilato de n-hexilo, metacrilato de n-octilo, metacrilato de isoocilo, metacrilato de decilo, metacrilato de n-dodecilo, metacrilato de n-tetradecilo, metacrilato de n-hexadecilo, metacrilato de oleilo, metacrilato de 2-propinilo, metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-(dietilamino)etilo, metacrilato de 2-(diisopropilamino)etilo, hidrocioruro de N-(2-aminoetil)metacrilamida, hidrocioruro metacrilato de de 2-aminoetil, hidrocioruro metacrilato de N-(3-aminopropil)metacrilamida, metacrilato de 2-(terc.-butilamino)etilo y similares. Los monómeros anteriores pueden emplearse por separado o en diversas mezclas de acuerdo con esta invención.

El uso de acrilato y metacrilato multifuncionales conducirá a la formación de polímeros de red reticulados tras la polimerización. Polímeros de este tipo tienen propiedades deseables, tales como buena resistencia mecánica, elasticidad, tenacidad y flexibilidad. Ejemplos de acrilatos y metacrilatos multifuncionales de uso en esta invención incluyen, pero no se limitan a dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA), trimetacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetiloilo, triacrilato de pentaeritrol, tetraacrilato de pentaeritrol, dimetacrilato de bisfenol A, tetraacrilato de di(trimetilpropano) (DTTA), 1-(acrililoilo)-3-(metacrililoilo)-2-propanol (AOMOP), triacrilato de etoxilato de trimetilolpropano (TPETA), pentaacrilato de dipentaeritrol, diacrilato de hexano, dimetacrilato de poli(etilenglicol) (PEGDMA) y dimetacrilato de 1,6-hexanodiol (HDDMA), dimetacrilato de 1,4-butanodiol, dimetacrilato de 1,3-butanodiol, diacrilato de 1,6-hexanodiol, diacrilato de 1,4-butanodiol, diacrilato de 1,3-butanodiol. Preferiblemente, esta invención incluye el uso de compuestos de acrilato o metacrilato multifuncionales, tales como EGDMA, PEGDMA y HDDMA solos o en combinación con uno o más acrilatos o metacrilatos monofuncionales.

El ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo, constituye del 10 al 15% en masa de la fase oleosa utilizada en la preparación de la cápsula de hidrogel de esta invención.

5 La cápsula de hidrogel de esta invención se produce (a) proporcionando una fase acuosa, que contiene un emulsionante; (b) proporcionando una fase oleosa, que contiene al menos un ácido acrílico o metacrílico, o un éster del mismo, a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa y una fragancia u odorante; (c) emulsionando la fase acuosa de (a) con la fase oleosa de (b) para producir una emulsión; (d) polimerizando la emulsión para producir una cápsula de hidrogel con una fragancia u odorante encapsulado en ella; y (e) curando la cápsula de hidrogel.

10 La fase acuosa del método incluye un emulsionante y agua. Como es convencional en la técnica, un emulsionante es un agente utilizado para unir sustancias normalmente no combinativas, tales como el aceite y el agua. Puede ser de naturaleza aniónica, catiónica o no iónica. Ejemplos de emulsionantes adecuados incluyen, pero no se limitan a poli(alcohol vinílico), *p. ej.*, un poli(acetato de vinilo) parcial o completamente hidrolizado (Biehn y Ernsberger (1948) *Ind. Eng. Chem.* 40:1449-1453), succinato de d- $\alpha$ -tocoferil polietilenglicol 1000 (Mu y Feng (2003) *Pharma. Res.* 20:1864-1872), PLURACARE o poloxámero, o polivinilpirrolidona. Los copolímeros de bloque PLURACARE son copolímeros sintéticos de óxido de propileno y óxido de etileno. En determinadas realizaciones, el emulsionante es un poli(acetato de vinilo) hidrolizado tal como un emulsionante MOWIOL fabricado por Hoechst A.G. (Frankfurt, Alemania).

15 La fase oleosa del método de esta invención incluye al menos un ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo, tal como se describe arriba; una fragancia u odorante, tal como se describe arriba; también puede incluir un aceite. Aceites a modo de ejemplo de uso en esta memoria incluyen ISOPAR M (un fluido isoparafínico) y las otras variantes de ISOPAR disponibles de ExxonMobile Corp.; triglicéridos caprílicos y cápricos (*p. ej.*, NEOBEE M-5, NEOBEE M-20, triglicéridos del aceite de coco; y NEOBEE 895, triglicérido caprílico, disponibles de Stepan Chemicals), aceites minerales ligeros, ceras minerales ligeras, aceites vegetales, ceras vegetales ligeras, ftalato de dietilo, benzoato de butilo, benzoato de bencilo, disolventes éster, triacetina y disolventes a base de glicol insolubles en agua.

25 Una vez que se combinan la fase oleosa y la fase acuosa, la mezcla se emulsiona de acuerdo con técnicas conocidas, *p. ej.*, homogeneización, agitación o exposición a ultrasonidos. Posteriormente, el ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo, se polimeriza para producir una cápsula de hidrogel con una fragancia u odorante encapsulado en ella. La polimerización se puede llevar a cabo utilizando métodos conocidos de polimerización en los radicales libres. Estos incluyen el uso de iniciadores, tales como persulfato de amonio y azobis(isobutironitrilo) (AIBN) y catalizadores, tales como metabisulfato de sodio o tetrametiletildiamina. La polimerización se puede llevar a cabo a temperatura ambiente (*p. ej.*, 20-25°C) durante una a varias horas. Los iniciadores y el catalizador se pueden añadir en una sola etapa, de manera intermitente o en múltiples etapas.

30 Las cápsulas de hidrogel resultantes se curan posteriormente, primero a temperatura ambiente (aprox. 20°C) y luego se curan a una temperatura elevada de al menos 40°C. En determinadas realizaciones, las cápsulas de hidrogel se curan a una temperatura en el intervalo de 55 y 65°C.

35 Las cápsulas de hidrogel de esta invención también pueden recubrirse adicionalmente con un material polimérico, es decir, un adyuvante de deposición. El polímero de recubrimiento puede ser aniónico, catiónico o no iónico. El recubrimiento polimérico se puede añadir durante la preparación de las cápsulas o después de que se hagan las cápsulas. Estos polímeros incluyen, pero no se limitan a, polímero MERQUAT 100 (polyquaternium-6; Lubrizol, Cleveland, OH), LUPAMIN 9095 (polivinilamina; BASF, Mount Olive, NJ), ZEMAC E400 (Vertellus, Zeeland, MI), TICA-ALGIN HG 600 F (alginato de sodio; TIC Gums, White Marsh, MD), quitosano (Sigma-Aldrich), ácido tánico (Graham Chemical, Barrington, IL). El polímero se puede añadir después de que se formen las cápsulas o en el proceso.

Las cápsulas de hidrogel de esta invención tienen un diámetro medio en el intervalo de 1 a 100  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente en el intervalo de 1 a 20  $\mu\text{m}$ , lo más preferiblemente en el intervalo de 5 a 10  $\mu\text{m}$ ; y son estables durante el almacenamiento.

45 Las cápsulas de hidrogel de esta invención también son adecuadas para el cuidado de la ropa, el cuidado personal, productos terapéuticos, cosméticos o cosmeceúticos. En particular, las cápsulas de hidrogel de esta invención son de uso particular en productos de lavado, que se entienden como aquellos productos que se aplican durante un período de tiempo dado y luego se eliminan. Productos de este tipo incluyen productos para el cuidado de la ropa, tales como acondicionadores de aclarado, detergente líquido, detergente en polvo y ambientador de tejidos; así como productos para el cuidado personal, tales como champús para el cabello, acondicionadores para el cabello, enjuagues para el cabello, antitranspirantes/desodorantes, desinfectantes para manos, jabones en pastilla y productos para el lavado corporal y similares. Estos productos son bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, los sistemas suavizantes de tejidos se describen en los documentos US 6.335.315, US 5.674.832, US 5.759.990, US 5.877.145, US 5.574.179; US 5.562.849, US 5.545.350, US 5.545.340, US 5.411.671, US 5.403.499, US 5.288.417, US 4.767.547 y US 4.424.134. Detergentes líquidos para vajillas se describen en los documentos US 6.069.122 y US 5.990.065; productos detergentes para lavavajillas automáticos se describen en los documentos US 6.020.294, US

6.017.871, US 5.968.881, US 5.962.386, US 5.939.373, US 5.914.307, US 5.902.781, US 5.705.464, US 5.703.034, US 5.703.030, US 5.679.630, US 5.597.936, US 5.581.005, US 5.559.261, US 4.515.705, US 5.169.552 y US 4.714.562. Detergentes líquidos de lavandería que puede utilizar la presente invención incluyen aquellos sistemas descritos en los documentos US 5.929.022, US 5.916.862, US 5.731.278, US 5.565.145, US 5.470.507, US 5.466.802, US 5.460.752, US 5.458.810, US 5.458.809, US 5.288.431, US 5.194.639, US 4.968.451, US 4.597.898, US 4.561.998, US 4.550.862, US 4.537.707, US 4.537.706, US 4.515.705, US 4.446.042 y US 4.318.818. Champú y acondicionadores que puede emplear la presente invención incluyen los descritos en los documentos US 6.162.423, US 5.968.286, US 5.935.561, US 5.932.203, US 5.837.661, US 5.776.443, US 5.756.436, US 5.661.118, US 5.618.523, US 5.275.755, US 5.085.757, US 4.673.568, US 4.387.090 y US 4.705.681.

10 Productos para el cuidado personal, incluidas las preparaciones cosméticas, cosmeceúticas o farmacéuticas, pueden formularse como emulsiones de tipo "agua en aceite" (W/O, por sus siglas en inglés), emulsiones de tipo "aceite en agua" (O/W, por sus siglas en inglés) o como emulsiones múltiples, por ejemplo del tipo agua en aceite en agua (W/O/W, por sus siglas en inglés), como una emulsión PIT, una emulsión Pickering, una micro-emulsión o una nano-emulsión. Emulsiones que son particularmente preferidas son del tipo de "aceite en agua" (O/W) o del tipo  
15 agua en aceite en agua (W/O/W).

En determinadas realizaciones, la composición o el producto final puede estar en forma de un aceite, un gel, un roll-on, una barra sólida, una loción, una crema, una leche, un aerosol, un spray, un polvo, una espuma, un champú, un acondicionador para el cabello, una laca o un maquillaje.

La invención se describe con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

20 **Ejemplo 1: Preparación de Cápsulas de Hidrogel con Post-Curado en Horno**

Emulsionante, 10 % en peso de MOWIOL 3-83 (Kuraray America Inc.), se preparó en solución acuosa disolviendo el polvo de MOWIOL 3-83 en agua desionizada (DI) con agitación a 60°C durante 3 horas. La solución al 10% de MOWIOL 3-83 (M-3-83) se utilizó como solución madre.

25 Una emulsión de la fragancia se formó mediante la adición de 20 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase de agua, que se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado, se añadieron diez gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media de NEOBEE (como hidrófobo) para formar la fase oleosa. La fase en aceite se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3  
30 minutos para formar la emulsión.

Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión cinco gramos de una solución acuosa que contenía 0,3 g de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,4 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para  
35 comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente (~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un horno a 65°C. Las cápsulas de fragancia se dejaron curar a 65°C durante la noche. Alternativamente, la suspensión se puede curar durante el tiempo deseado utilizando un baño de agua o aceite de temperatura controlada.

40 **Ejemplo 2: Preparación de Cápsula de Hidrogel con Dimetacrilato de Etilenglicol (EGDMA) / Metacrilato de Metilo (MMA)**

Se formó una emulsión de la fragancia añadiendo 20 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron 8 gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) y 2 gramos de metacrilato de metilo (MMA) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub>  
45 durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión cinco gramos de una solución acuosa que contenía 0,3 g de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,4 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para  
50 comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente (~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un horno a 65°C. Las cápsulas se dejaron curar a 65°C durante la noche. Alternativamente, la

suspensión se puede curar durante el tiempo deseado utilizando un baño de agua o aceite de temperatura controlada.

### **Ejemplo 3: Preparación y Caracterización de Cápsula de Hidrogel con Dimetacrilato de Poli(Etilenglicol)**

5 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo veinte gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron diez gramos de dimetacrilato de poli(etilenglicol) (PEGDMA, M<sub>w</sub> = 595, Sigma-Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 10 3 minutos para formar la emulsión.

Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión cinco gramos de una solución acuosa que contenía 0,3 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 15 5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,4 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente ( ~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un horno a 65°C. Las cápsulas de hidrogel se dejaron curar a 65°C durante la noche. Alternativamente, la suspensión se puede curar durante el tiempo deseado utilizando un baño de agua o aceite de temperatura controlada.

### **Ejemplo 4: Preparación de Cápsula de Hidrogel con Diferentes Temperaturas de Post-Curado**

20 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo 40 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 160 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron veinte gramos de EGDMA en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 128 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 32 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y 25 homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 32 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Posteriormente, se añadieron a la emulsión 10 gramos de una solución acuosa que contenía 0,6 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a 30 la emulsión 10 gramos de solución de catalizador que contenía 0,8 gramos de metabisulfato de sodio para comenzar la polimerización a temperatura ambiente ( ~ 20°C) y se dejó que se formaran cápsulas de hidrogel durante tres horas y media. La temperatura de curado se varió luego de 40°C a 65°C con incrementos de 5°C. La suspensión de la cápsula se mantuvo a las temperaturas de curado individuales durante 3 horas.

### **Ejemplo 5: Preparación de Cápsula de Hidrogel con Tiempos Variables de Post-Curado**

35 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo 40 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 160 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron veinte gramos de EGDMA en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 128 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 32 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

40 Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 32 onzas y burbujeando N<sub>2</sub> en la emulsión durante 10 minutos. A la emulsión se añadieron después 10 gramos de una solución acuosa que contenía 0,6 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 10 gramos de solución de catalizador que contenía 0,8 gramos de metabisulfato de sodio para comenzar la polimerización a temperatura ambiente durante tres horas y media ( ~ 20°C) para formar cápsulas 45 de hidrogel. La temperatura de curado se varió luego de 40°C a 65°C con incrementos de 5°C. La suspensión de la cápsula se mantuvo a las temperaturas de curado individuales durante diferentes periodos de curado.

### **Ejemplo 6: Preparación de Cápsula de Hidrogel con un Tiempo de Polimerización más Corto a Temperatura Ambiente**

50 Se formó una emulsión de la fragancia añadiendo 40 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 160 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron 20 gramos de EGDMA en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 128 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 32 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase

oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

5 Cápsulas de fragancia se prepararon disponiendo la emulsión en un tarro de 32 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Posteriormente, se añadieron a la emulsión 10 gramos de una solución acuosa que contenía 0,6 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 10 gramos de solución de catalizador que contenía 0,8 gramos de metabisulfato de sodio para comenzar la polimerización a temperatura ambiente durante dos horas y media ( ~ 20°C) para formar cápsulas de hidrogel. La temperatura de curado se incrementó luego a 60°C y se curó durante 3 horas.

#### **Ejemplo 7: Preparación de la Carga de la Cápsula de Hidrogel con Fragancia Gourmand Psicodélica**

10 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo 40 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 160 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron 20 gramos de EGDMA en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 128 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 32 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

15 Cápsulas de fragancia se prepararon disponiendo la emulsión en un tarro de 32 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Posteriormente, se añadieron a la emulsión 10 gramos de una solución acuosa que contenía 0,6 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 10 gramos de solución de catalizador que contenía 0,8 gramos de metabisulfato de sodio para comenzar la polimerización a temperatura ambiente ( ~ 20°C) para formar cápsulas de hidrogel durante tres horas y media. La temperatura de curado se incrementó luego a 55°C y se curó durante 3 horas.

#### **Ejemplo 8: Preparación de la Carga de la Cápsula de Hidrogel con Fragancias Apple, Greenfield y Perfect Match**

25 Se repitieron procedimientos en el Ejemplo 7 para la preparación de cápsulas de fragancia cargadas con Apple, Greenfield, o Perfect Match.

#### **Ejemplo 9: Preparación de Cápsula de Hidrogel con Diferentes Materiales de Pared**

30 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo 40 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 160 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron 20 gramos de dimetacrilato de 1,6 hexanodiol (HDDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 128 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 32 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

35 Cápsulas de fragancia se prepararon disponiendo la emulsión en un tarro de 32 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Posteriormente, se añadieron a la emulsión 10 gramos de una solución acuosa que contenía 0,6 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 10 gramos de solución de catalizador que contenía 0,8 gramos de metabisulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización a temperatura ambiente ( ~ 20°C) y se formaron cápsulas de hidrogel durante tres horas y media. La suspensión de cápsulas se curó a 55°C con agitación durante tres horas.

#### **Ejemplo 10: Preparación de Cápsulas de Hidrogel con Adición en 2 Etapas de Iniciador y Catalizador**

40 Se preparó una emulsión de la fragancia añadiendo 20 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron diez gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

45 Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión dos gramos y medio de una solución acuosa que contenía 0,1 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 2,5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,2 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente ( ~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un baño de agua a 55°C. Después de curarse a 55°C durante 0,5 horas, se

añadieron a la emulsión 2,5 gramos de dos soluciones que contenían 0,1 gramos de persulfato de amonio y 0,2 gramos de metabisulfato de sodio. Las cápsulas de fragancia se dejaron curar a 55°C durante otras 3 horas.

**Ejemplo 11: Preparación de Cápsulas de Hidrogel con Adición de Etapas Intermitentes de Iniciador y Catalizador**

5 Se formó una emulsión de la fragancia añadiendo 20 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron diez gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE (como hidrófobo) para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

10 Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión dos gramos y medio de una solución acuosa que contenía 0,1 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 2,5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,2 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente ( ~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un baño de agua a 55°C. Después de curarse a 55°C durante 0,5 horas, se añadieron gota a gota a la emulsión 2,5 gramos de dos soluciones que contenían 0,1 gramos de persulfato de amonio y 0,2 gramos de metabisulfato de sodio a 65°C en el espacio de un periodo de 2 horas. Las cápsulas de fragancia se dejaron curar a 55°C durante otras 3 horas.

**Ejemplo 12: Preparación de Cápsulas de Hidrogel con Diferente Dispersante**

Emulsionante, 10 % en peso de PLUROCARE F127 o Tensioactivo F68 Prill (BASF Corporation), se preparó en solución acuosa disolviendo PLUROCARE F127 o Tensioactivo F68 Prill en polvo en agua DI con agitación a 60°C durante 3 horas. La solución al 10% de PLUROCARE F127 o Tensioactivo F68 Prill se utilizó como solución madre.

25 La emulsión de fragancia se formó añadiendo 20 gramos de solución al 10% de PLUROCARE F127 o Tensioactivo F68 Prill a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron diez gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE (como hidrófobo) para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

30 Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión cinco gramos y medio de una solución acuosa que contenía 0,3 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,4 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente ( ~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un baño de agua a 55°C. Las cápsulas de fragancia se dejaron curar a 55°C durante tres horas más.

**Ejemplo 13: Preparación del recubrimiento de CMC Post-Adición de Cápsulas de Hidrogel**

40 Se formó una emulsión de la fragancia añadiendo 20 gramos de solución al 10% de M-3-83 a 80 gramos de agua DI para formar la fase acuosa, la cual se desoxigenó mediante burbujeo de N<sub>2</sub> durante 30 minutos. En un recipiente separado se añadieron diez gramos de dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA, Aldrich) en una mezcla de aceite de fragancia que contenía 64 gramos de Posh Special (IFF, Union Beach, NJ) y 16 gramos de triglicéridos de cadena media NEOBEE (como hidrófobo) para formar la fase oleosa. La fase oleosa se purgó con N<sub>2</sub> durante 30 minutos. La fase acuosa y la fase oleosa se combinaron y homogeneizaron después a 9500 rpm durante 3 minutos para formar la emulsión.

45 Cápsulas de fragancia se formaron disponiendo la emulsión en un tarro de 16 onzas y purgando la emulsión con N<sub>2</sub> durante 10 minutos. Se añadieron a la emulsión cinco gramos de una solución acuosa que contenía 0,3 gramos de persulfato de amonio (APS, Sigma-Aldrich) como iniciador. Después de otros 15 minutos, se añadieron a la emulsión 50 5 gramos de solución de catalizador que contenía 0,4 gramos de metabisulfato de sodio (Sigma-Aldrich) para comenzar la polimerización. La emulsión se mantuvo a temperatura ambiente ( ~ 20°C) durante tres horas y media y luego se transfirió a un baño de agua a 55°C. Las cápsulas de fragancia se dejaron curar a 55°C nuevamente.

Después del curado, la suspensión de cápsulas se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente. Se mezclaron ciento veinte gramos de solución acuosa de carboximetilcelulosa (CMC, MW = 250 kDa) al 1 % en peso en la suspensión de cápsulas de hidrogel. La mezcla se transfirió luego a un baño de agua a 55°C. Las cápsulas recubiertas con CMC se dejaron curar a 55°C nuevamente.

5 Las cápsulas de hidrogel recubiertas con otros polímeros pueden prepararse de una manera similar. Estos polímeros incluyen, pero no se limitan a polímero MERQUAT 100 (polyquaternium-6; Lubrizol, Cleveland, OH), LUPAMIN 9095 (polivinilamina; BASF, Mount Olive, NJ), ZEMAC E400 (Vertellus, Zeeland, MI), TICA-ALGIN HG 600 F (alginato de sodio; TIC Gums, White Marsh, MD), quitosano (Sigma-Aldrich), ácido tánico (Graham Chemical, Barrington, IL).

10 **Ejemplo 14: Caracterización Física de Cápsulas de Hidrogel**

Las cápsulas de hidrogel se caracterizaron mediante técnicas microscópicas. Esto también permitió una evaluación de la resistencia mecánica de las cápsulas de hidrogel secadas. El análisis SEM demostró claramente que la cápsula de hidrogel conservaba su integridad física bajo estrés.

**Ejemplo 15: Distribución del Tamaño de Partícula de Cápsulas de Hidrogel**

15 Este ejemplo ilustra la distribución del tamaño de partícula de cápsulas de hidrogel tal como se prepararon en el Ejemplo 4. El resultado de la dispersión de luz se muestra en la Figura 1. El tamaño medio de las cápsulas de hidrogel fue de aproximadamente 8,7 µm.

**Ejemplo 16: Evaluación de la Estabilidad al Almacenamiento de Cápsulas de Hidrogel**

20 Para evaluar la estabilidad al almacenamiento de las cápsulas de hidrogel, las cápsulas preparadas en el Ejemplo 4 fueron dispersados en una base de champú de consumo, Magic Botanicals (MB), al 1%. Las muestras se envejecieron luego a 55°C durante un período de 3 días y la cantidad de fragancia lixiviada se midió mediante cromatografía de gases mediante inyección directa. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2

Muestra	Fresco	3 días a 55°C
Muestra 1	<10%	23%
Muestra 2	<10%	27%

25 Este análisis indicó que las cápsulas conservaban la mayoría de la fragancia después de 3 días a 55°C, lo que demuestra su robusta estabilidad al almacenamiento.

**Ejemplo 17: Comprtamiento de Encapsulación de Cápsulas de Hidrogel**

30 Utilizando la muestra preparada en el Ejemplo 4, una dispersión al 0,2% de la cápsula se preparó diluyendo 0,2 gramos de la suspensión con 100 gramos de agua DI. Un gramo de la suspensión de la cápsula diluida se aplicó directamente a cada una de las caras de una muestra de ensayo de tela 4x6. Las muestras de ensayo se secaron al aire durante la noche y se analizó el espacio de cabeza de los tejidos antes y después de agitarlos con rodamientos de bolas de acero inoxidable para romper las cápsulas intactas. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3

	No agitado	Agitado
Espacio de cabeza	57642	409601
Relación Agitado/No Agitado	-	7.1

35 Los resultados demostraron claramente que no hubo un aumento significativo en el espacio de cabeza después de que las cápsulas se rompieron. Este ejemplo demuestra que las cápsulas pueden liberar su contenido después de una perturbación mecánica y producir importantes beneficios para el consumidor.

40 **Ejemplo 18: Demostración del Comportamiento de Perfumería de Cápsulas de Hidrogel en la Aplicación de Ambientadores de Tejidos**

5 Para establecer los beneficios para el consumidor de las cápsulas de hidrogel, la suspensión de cápsulas preparada en el Ejemplo 4 se mezcló en una base de ambientador de tejidos y se evaluó en cuanto a sus beneficios para el consumidor. La carga de fragancia fue equivalente al 0,5% puro. Para comparación, se preparó una solución similar utilizando una fragancia pura al 0,5%. Toallas de tela se rociaron con la dispersión y se secaron al aire durante la noche antes de ser evaluadas por un panel de 12 jueces. La intensidad de la fragancia se calificó de una escala de magnitud marcada que oscila entre 0 y 50. Un valor numérico de 5 indica que el tejido solo produce una intensidad muy débil, mientras que un valor de 30 indica que el tejido genera un olor fuerte. Los resultados de este análisis se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4

Muestras	Intensidad pre-frotamiento	Intensidad post-frotamiento	$I_{\text{post, cápsula}} / I_{\text{post, pura}}$
Puras	8,2	8,2	
Cápsula de hidrogel después de 5 horas.	6,7	15,0	2,2
Cápsula de hidrogel después de 24 horas.	9,1	19,2	2,1

10 Este análisis indicó que la cápsula de hidrogel proporciona beneficios significativos y de larga duración de perfumería.

**Ejemplo 19: Demostración del Comportamiento de Perfumería de Cápsulas de Hidrogel en una Aplicación de Lavandería**

15 Para establecer el comportamiento de las cápsulas de hidrogel en aplicaciones de lavandería, la suspensión de cápsulas preparada mediante la presente invención se combinó en una solución acondicionadora de aclarado modelo que contenía 24% de tensioactivo catiónico. La carga de fragancia fue equivalente al 0,5% puro. Para comparación, se preparó una solución similar utilizando una fragancia pura al 0,5%. El beneficio de perfumería de las cápsulas se evaluó mediante la realización de un experimento de lavandería utilizando protocolos experimentales aceptados utilizando una lavadora de EE.UU. Se utilizaron toallas de felpa para los experimentos de lavado y se secaron al aire durante la noche antes de ser evaluados por un panel de 12 jueces. La intensidad de la fragancia se calificó de una escala LMS que variaba de 0 a 30. Un valor numérico de 5 sugeriría que el tejido solo produjo una intensidad de una semana, mientras que un valor de 30 indicó que la toalla lavada generó un olor fuerte. Los resultados se presentan en la Tabla 5.

25 Tabla 5

Muestras	Intensidad pre-frotamiento	Intensidad post-frotamiento	$I_{\text{pre, cápsula}} / I_{\text{pre, pura}}$	$I_{\text{post, cápsula}} / I_{\text{post, pura}}$
Puras	2,5	3,0		
Cápsula de hidrogel	3,5	13,5	1,4	4,5

30 Era bastante evidente que las cápsulas con fragancia de hidrogel producían una mucho mayor intensidad de fragancia en las fases de pre-frotamiento y post-frotamiento. Sin embargo, el aumento en la intensidad de la fragancia fue mucho más pronunciado en la etapa post-frotamiento. Esto demostró que las cápsulas de fragancia de hidrogel preparadas con la presente invención eran capaces de retener la fragancia de manera eficaz y eran capaces de proporcionar todos los beneficios para el consumidor de los productos de fragancia.

**Ejemplo 20: Demostración del Beneficio de Aplicación de la Cápsula de Hidrogel en la Aplicación de Desinfectante de Manos**

35 El beneficio de la aplicación de la cápsula de hidrogel en un producto para el cuidado personal se evaluó utilizando una formulación desinfectante de manos. Para llevar a cabo los experimentos, la suspensión de la cápsula se dispersó en una base de desinfectante de manos a un 0,5% de fragancia pura equivalente. La base de desinfectante de manos contenía 62% de etanol. El comportamiento sensorial se muestra en la Figura 2. El ejemplo demostró claramente que el producto que contenía cápsulas de hidrogel tenía una intensidad de perfumería mucho más intensa que el producto del mercado. Por lo tanto, la cápsula de hidrogel puede ofrecer excelentes beneficios para el consumidor, tanto en la etapa pre- como post-tratamiento.

**Ejemplo 21: Demostración del Beneficio de Aplicación de la Cápsula de Hidrogel en la Aplicación de Acondicionador para el Cabello**

El beneficio de aplicación de la cápsula de hidrogel en un producto para el cuidado personal se evaluó adicionalmente utilizando una formulación acondicionadora para el cabello. El comportamiento sensorial se muestra en la Figura 3. Para realizar los experimentos, la suspensión de la cápsula se dispersó en una base de acondicionador para el cabello a una fragancia equivalente al 0,5% puro. La base de acondicionador para el cabello era una base de acondicionador libre de aceite de Magic Botanicals. Para evaluar el beneficio de las cápsulas de hidrogel, la cápsula que contenía el producto se aplicó a un mechón de 4 hebras de cabello que pesaba aproximadamente 40 gramos y el lavado se realizó de acuerdo con los siguientes protocolos. Dos mechones de cabello (8 hebras) se mojaron bajo el agua (H<sub>2</sub>O temperatura, 100°F/38°C; Caudal (1 galón/minuto) y se escurrieron ligeramente para eliminar el exceso de agua. El cabello se colocó en una balanza y se aplicaron 2 gramos de champú sin fragancia directamente sobre el cabello mojado. El cabello se enjabonó entre las palmas de las manos 10 veces en el sentido de las agujas del reloj y 10 veces en el sentido contrario a las agujas del reloj, manteniendo la parte de cera de las muestras entre dos dedos (para no extender la cera sobre la superficie del cabello). Las muestras de cabello se dejaron reposar durante 15 segundos y posteriormente se aclararon bajo un chorro de agua durante 45 segundos. El proceso se repitió con acondicionador para el cabello, escurriéndose suavemente el exceso. El pelo se colgó para que se secase durante la noche. Las muestras secas fueron evaluadas entonces por 16 panelistas entrenados. Los resultados se dan en la Figura 3. El ejemplo demuestra claramente que el producto que contenía cápsulas de hidrogel tenía una intensidad de perfumería mucho más fuerte que la fragancia pura. Por lo tanto, la cápsula de hidrogel puede ofrecer excelentes beneficios para el consumidor, tanto en la fase pre- como post-frotamiento.

#### 20 **Ejemplo 22: Demostración del Beneficio de la Aplicación de la Cápsula de Hidrogel en una Aplicación AP/DEO (desodorante antitranspirante)**

El ejemplo siguiente ilustra el beneficio de aplicación de las cápsulas preparadas por la presente invención en una base de roll-on antitranspirante (AP). Se preparó una suspensión de cápsula de fragancia utilizando el proceso descrito en el Ejemplo 13. La suspensión de cápsula se dispersó en una base de roll-on AP a una fragancia pura equivalente al 0,5%. La base contenía típicamente 1 a 3% de tensioactivo aniónico, 10 a 20% de hidrocloruro de aluminio, menos de 1% de sílice, 1 a 2% de *Helianthus annuus* y agua.

El producto preparado que contenía la cápsula (100 µl) sobre la base de roll-on AP se aplicó al antebrazo de seis panelistas y la intensidad de la fragancia se evaluó inmediatamente después de la aplicación y cinco horas después de la aplicación con frotamiento por 20 jueces de intensidad entrenados y los datos se analizaron estadísticamente. La intensidad de la fragancia se evaluó en una escala que oscilaba entre 0 y 30. Un valor numérico de 5 sugirió que el sujeto solo produjo una intensidad muy débil, mientras que un valor de 30 indicó que el sujeto generaba un fuerte olor.

Se encontró que, después de frotar, el producto que contenía la cápsula generaba una intensidad significativamente mayor que un producto que solo contenía una fragancia pura. Los resultados se muestran en la Figura 4. Este ejemplo demostró claramente que el producto que contenía cápsulas de hidrogel tenía una intensidad de perfumería mucho más fuerte que el producto puro después de 5 horas. Por lo tanto, la cápsula de hidrogel puede ofrecer excelentes beneficios para el consumidor, tanto en la fase pre- como post-frotamiento.

#### **Ejemplo 23: Desodorante y Antitranspirante**

Un desodorante a base de cera a modo de ejemplo se prepara mezclando cera de parafina (10-20%), cera hidrocarbonada (5-10%), vaselina blanca (10-15%), alcohol de lanolina acetilado (2-4%), adipato de diisopropilo (4-8%), aceite mineral (40-60%) y conservante (según sea necesario); calentando la mezcla a 75°C hasta que se funda y, con agitación a 75°C, añadiendo 4,0 partes en peso de una fragancia encapsulada de esta invención.

Un desodorante tipo glicol/jabón a modo de ejemplo se prepara combinando propilenglicol (60-70%), estearato de sodio (5-10%), agua destilada (20-30%) y 2,4,4-tricloro-2'-hidroxi difenil éter (0,01-0,5%); y calentando la mezcla, con agitación, a 75°C hasta que el estearato de sodio se haya disuelto. La mezcla resultante se enfría a 40°C y se añade fragancia encapsulada a la formulación.

Un desodorante antitranspirante a modo de ejemplo (sólido blando) se prepara mediante la combinación de ciclopentasiloxano (60%), dimeticona (10%), zirconio glicina triclorohidrex de aluminio (25%), fragancia encapsulada (2,5%) y sílice de combustión (2.5%).

#### 50 **Ejemplo 24: Lavado Corporal**

Un lavado corporal a modo de ejemplo se compone de PLANTAPON 611 L (SLES, Cap betaína, lauril glucósido; 22%), lauril sulfato de amonio (2,5%), LAMESOFT OP65 (coco glucósido, oleato de glicerilo; 3%), polyquaternium 10-10 (0,5%), copolímero de acrilatos (0,5%), fragancia pura (0,3%), fragancia encapsulada (1%), DMDM hidantoína (0,3%), glicerina (3%) y agua (c.s. 100%).

**Ejemplo 25: Productos para el Cabello**

5 Un champú para el pelo 2-en-1 a modo de ejemplo se compone de laureth sulfato de sodio (10%), cocamidopropil betaína (7%), estearato de glicerilo (2%), alcohol cetearílico (3%), pantenol (0,2%), copolímero de acrilatos (1,2%), dimeticona (1,5%), polyquaternium 10 (0,2%), fragancia encapsulada (1%), conservante (según sea necesario), agua (c.s.100%) y NaOH a pH 6,0.

Un gel para el cabello a modo de ejemplo se compone de PVP (3%), copolímero de acrilatos/metacrilato de alquilo C10-30 (3%), alcohol desnaturalizado (10%), fragancia encapsulada (1%), Microcare PHG (0,5%), y agua (c.s. 100%).

**Ejemplo 26: Desinfectante de Manos**

10 Un desinfectante de manos a modo de ejemplo está compuesto de copolímero de acrilatos y acrilato de alquilo C10-30 (0,2-0,5%), etanol (60%), isopropanol (10%), glicerina (4%), fragancia encapsulada (1-5%) y agua (c.s. 100%).

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Una cápsula de hidrogel que comprende una fragancia u odorante encapsulado en al menos un ácido acrílico o metacrílico polimerizado, o un éster del mismo, en donde la cápsula de hidrogel tiene un diámetro medio en el intervalo de 1 a 100  $\mu\text{m}$ , en donde la fragancia u odorante está encapsulado en la cápsula de hidrogel durante la polimerización del ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo contenido en una fase oleosa a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa, y en donde la fase oleosa contiene:
- (i) la fragancia u odorante; y
  - (ii) el al menos un ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo.
- 10 2. La cápsula de hidrogel de la reivindicación 1, en donde la cápsula de hidrogel tiene un diámetro medio en el intervalo de 1 a 20  $\mu\text{m}$ .
3. La cápsula de hidrogel de la reivindicación 1, en donde el ácido acrílico o metacrílico polimerizable, o éster del mismo, es un acrilato o metacrilato multifuncional.
4. La cápsula de hidrogel de la reivindicación 3, en donde el acrilato o metacrilato multifuncional es diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de poli(etilenglicol) o dimetacrilato de 1,6-hexandiol.
- 15 5. La cápsula de hidrogel de la reivindicación 3, en donde el acrilato o metacrilato multifuncional se copolimeriza adicionalmente con un acrilato o metacrilato monofuncional para formar la envoltura de la cápsula de hidrogel.
6. La cápsula de hidrogel de la reivindicación 3, en donde las cápsulas están recubiertas adicionalmente con otro material polimérico.
7. Un producto de consumo que comprende la cápsula de hidrogel de la reivindicación 1.
- 20 8. El producto de consumo de la reivindicación 7, en donde dicho producto de consumo es un producto de lavandería, para el cuidado personal, terapéutico, cosmético o cosmeceútico.
9. El producto de consumo de la reivindicación 8, en donde el producto para el cuidado personal es un champú para el cabello, acondicionador para el cabello, enjuague para el cabello, desodorante antitranspirante, desinfectante de manos, jabón en pastilla o gel de baño, y opcional o preferiblemente en donde el producto para el cuidado personal está formateado como una barra, roll-on o pulverizador aerosol; o
- 25 el producto de consumo de la reivindicación 8, en donde el producto para el cuidado de la ropa es un acondicionador del aclarado, detergente líquido, detergente en polvo o ambientador de tejidos.
10. Un método para producir una cápsula de hidrogel con una fragancia u odorante encapsulado en la misma, que comprende
- 30 (a) proporcionar una fase acuosa que comprende un emulsionante;
- (b) proporcionar una fase oleosa que comprende al menos un ácido acrílico o metacrílico, o un éster del mismo, a un nivel de 10 a 15% en masa de la fase oleosa, y una fragancia u odorante;
- (c) emulsionar la fase acuosa de (a) con la fase oleosa de (b) para producir una emulsión;
- 35 (d) polimerizar la emulsión para producir una cápsula de hidrogel con una fragancia u odorante encapsulado en ella;
- y
- (e) curar la cápsula de hidrogel.
11. El método de la reivindicación 10, en el que el ácido acrílico o metacrílico, o éster del mismo, es un acrilato o metacrilato multifuncional.
- 40 12. El método de la reivindicación 11, en el que el acrilato o metacrilato multifuncional es diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de poli(etilenglicol) o dimetacrilato de 1,6-hexandiol.
13. El método de la reivindicación 11, en el que el acrilato o metacrilato multifuncional se copolimeriza adicionalmente con un acrilato o metacrilato monofuncional para formar la envoltura de la cápsula.
- 45 14. El método de la reivindicación 10, en el que la cápsula de hidrogel se cura a una temperatura de al menos 40°C; o
- en el que la cápsula de hidrogel se cura a una temperatura entre 55 y 95°C; o
- en el que la cápsula de hidrogel se cura a una temperatura entre 55 y 65°C.

15. El método de la reivindicación 10, en el que las cápsulas se recubren adicionalmente con otro material polimérico.

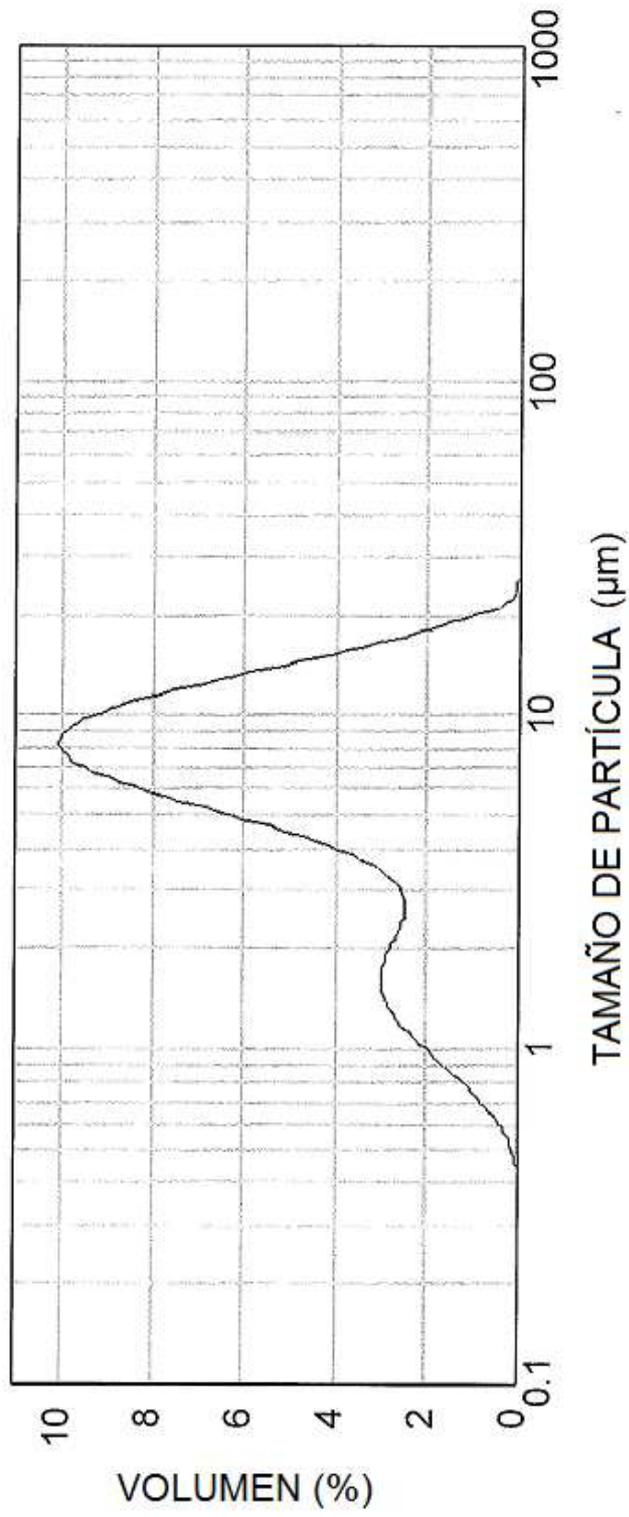


FIG. 1

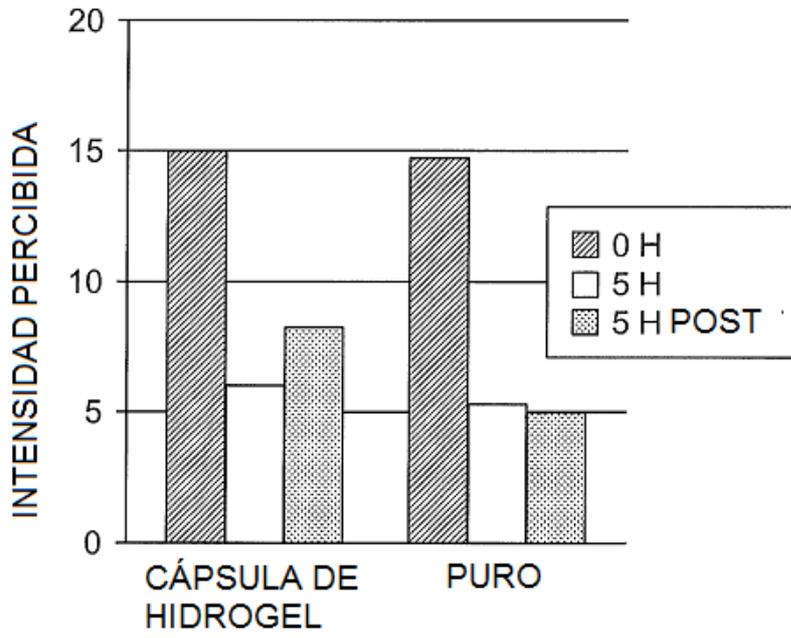


FIG. 2

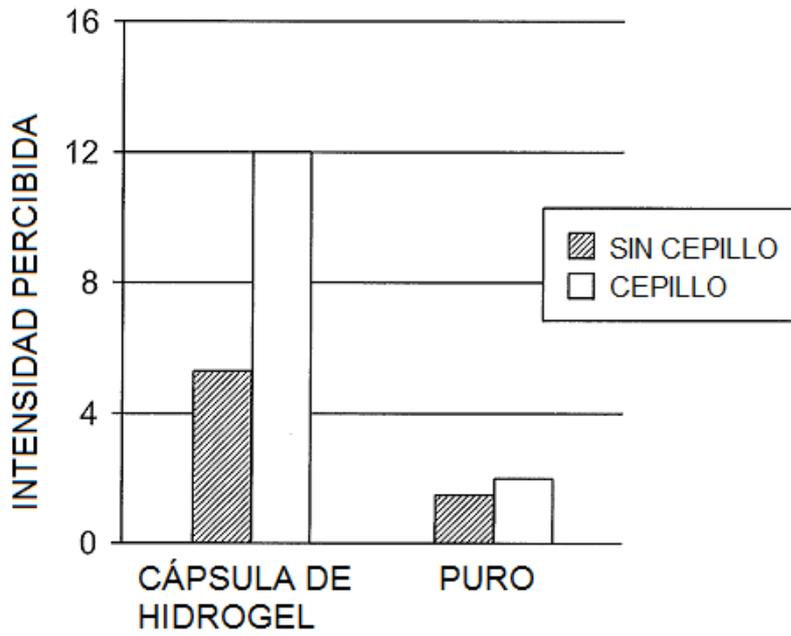
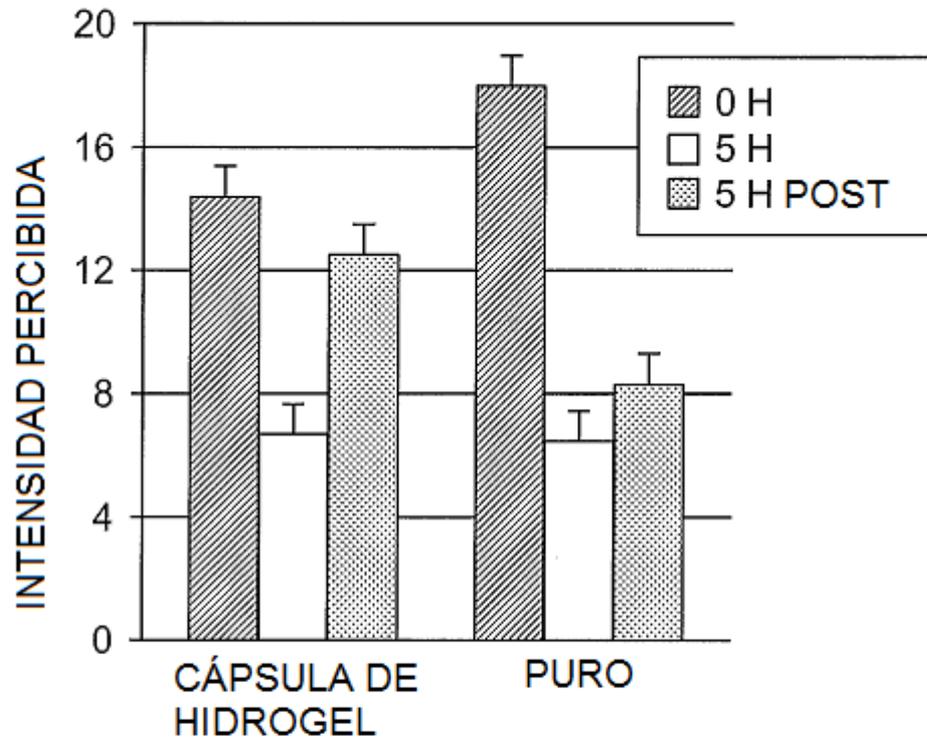


FIG. 3



*FIG. 4*