

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 794 652**

51 Int. Cl.:

A61Q 13/00 (2006.01)

A61Q 15/00 (2006.01)

A61K 8/84 (2006.01)

A61K 8/11 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.10.2015 PCT/EP2015/074810**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.05.2016 WO16071149**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.10.2015 E 15785112 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2020 EP 3215232**

54 Título: **Mejoras de o relacionadas con compuestos orgánicos**

30 Prioridad:

07.11.2014 EP 14290339

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

18.11.2020

73 Titular/es:

**GIVAUDAN S.A. (100.0%)
Chemin de la Parfumerie 5
1214 Vernier, CH**

72 Inventor/es:

**AUSSANT, EMMANUEL;
FADEL, ADDI;
HARRISON, IAN MICHAEL;
QUELLET, CHRISTIAN;
BURAKOWSKA-MEISE, EWELINA;
DENUJEL, WOLFGANG y
SOLTYS, THOMAS**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 794 652 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

Mejoras de o relacionadas con compuestos orgánicos

5 La presente invención se refiere a composiciones de perfumes encapsulados, que comprenden una o más cápsulas núcleo-cubierta, en las que el núcleo contiene un perfume y la cubierta contiene una resina de poliurea ("cápsulas de poliurea"). La invención también se refiere a productos de consumo que contienen dichas composiciones.

10 Las composiciones de perfumes encapsulados son conocidas en la técnica. Pueden formarse mediante un procedimiento de recubrimiento de pequeñas partículas sólidas o gotas de líquido en una película delgada de material de cubierta. Aunque prácticamente cualquier material de recubrimiento, al menos conceptualmente, es un material candidato para cubiertas de cápsulas, en la práctica por razones comerciales y normativas, hasta la fecha, hay

10 relativamente pocos materiales que se hayan utilizado en productos comerciales. La selección del material de la cubierta de la cápsula está determinada por una serie de factores que incluyen el costo, la disponibilidad, la facilidad de procesamiento y las propiedades barrera inherentes. La definición de un material de cubierta óptimo para una aplicación dada puede ser compleja ya que muchos parámetros que interactúan determinan el éxito de un material dado para cubiertas de cápsulas.

15 Es conocido en la técnica encapsular composiciones de perfume en cápsulas de poliurea. Las composiciones de perfumes encapsulados basadas en cápsulas de poliurea se pueden producir por poliadición de monómeros tipo aminas e isocianatos en las condiciones descritas en la técnica, véase por ejemplo el documento WO 2011/161229 A1.

20 Las composiciones de perfumes encapsulados se preparan típicamente en forma de suspensiones acuosas. Es importante asegurarse de que las cápsulas que contienen perfume estén bien dispersas en la suspensión, y es particularmente importante evitar la separación de fases de las cápsulas del medio de dispersión acuoso, para evitar la formación de cremas, sedimentación o coagulación. Para dispersar y suspender adecuadamente las cápsulas dentro de un medio dispersante acuoso, establemente a lo largo del tiempo, en la fabricación de suspensiones se pueden emplear agentes auxiliares dispersantes.

25 En la técnica se conoce una amplia variedad de coadyuvantes dispersantes, e incluyen polisacáridos, pectina, alginato, arabinogalactano, carragenano, goma gellan, goma xantana, goma guar, polímeros acrilatos/acrílicos, almidones, arcillas hinchables en agua, copolímeros de acrilatos/aminoacrilatos, y mezclas de los mismos, maltodextrina; gomas naturales tales como ésteres de alginato; gelatina, hidrolizados de proteínas y sus formas cuaternizadas; polímeros y copolímeros sintéticos, tales como poli(vinilpirrolidona-co-acetato de vinilo), poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo), poli(ácido maleico), poli(óxido de alquileno), poli(vinil metil éter), poli(vinil éter-co-anhídrido maleico), y similares, así

30 como poli(etilenimina), poli(met)acrilamida, poli(óxido de alquileno-co-dimetilsiloxano), poli(amino dimetilsiloxano) y similares.

A pesar de la variedad de coadyuvantes dispersantes disponibles para su uso, la selección del coadyuvante dispersante apropiada dependerá de varios factores, incluyendo la química de la cubierta de la cápsula, su morfología, su tamaño y densidad, así como la composición del medio acuoso de dispersión, tales como su pH y contenido de

35 electrólitos, todos los cuales serán influenciados en cierta medida por las condiciones del procedimiento de encapsulación.

De hecho, se ha probado que es difícil preparar de manera fiable y reproducible composiciones de perfumes encapsulados que comprendan cápsulas de poliurea en forma de suspensiones acuosas. Era difícil controlar la separación de fases, así como la viscosidad de la suspensión. Cuando la viscosidad de la suspensión es demasiado

40 alta, a menudo se necesitan fuerzas de procesamiento excesivas para manipularla, lo que a su vez puede dañar las cápsulas. Además, las suspensiones altamente viscosas pueden ser difíciles de manejar y pueden generar dificultades al incorporar composiciones de perfumes encapsulados en bases de productos de consumo.

El solicitante ha descubierto ahora, durante el curso de la investigación que conduce a la presente invención, que, al emplear hidroxietilcelulosa como coadyuvante dispersante, fue posible formar, de manera sencilla, una composición

45 de perfume encapsulado, en forma de una suspensión en la que las cápsulas de poliurea se dispersaron de forma estable y poseían una viscosidad aceptable.

Por lo tanto, la invención proporciona en un primer aspecto una composición de perfume encapsulado que comprende una o más cápsulas de poliurea, en donde el núcleo contiene un perfume, y en donde las cápsulas están en forma de una suspensión estable en un medio acuoso que tiene una viscosidad de hasta 3000 mPa.s y más particularmente

50 150 a 3000 mPa.s, cuando se mide en un reómetro, por ejemplo, un instrumento RheoStress™ 1 (ThermoScientific), usando discos rotativos a una velocidad de cizalla de 21 s^{-1} a una temperatura de 25°C , y en donde el medio de dispersión acuoso contiene un coadyuvante de dispersión tipo hidroxietilcelulosa.

Como se usó anteriormente, la expresión "suspensión estable" significa una suspensión de las cápsulas de poliurea, que después de una inspección visible, no muestra signos de separación de fases, tales como la formación de cremas, sedimentación, precipitación o coagulación cuando se almacena durante un período de 2 semanas. a una temperatura

55 de 50°C .

Cualquier hidroxietilcelulosa que sea adecuada para su uso en productos de consumo puede emplearse como un agente dispersante de acuerdo con la presente invención. Sin embargo, los grados preferidos son los adecuados para su uso en cosméticos. Los grados particularmente preferidos de hidroxietilcelulosa incluyen los productos Natrosol™ conocidos en la técnica, y particularmente Natrosol™ 250 HX.

- 5 En una realización particular de la invención, la cantidad de hidroxietilcelulosa empleada en una suspensión es del 0,05 al 1,0%, más particularmente del 0,05 al 0,5% en peso basada en el peso total de la suspensión.

Siempre que se emplee hidroxietilcelulosa como coadyuvante dispersante, también se pueden emplear coadyuvantes dispersantes adicionales, si se desea. Los ejemplos de coadyuvantes de dispersión adicionales adecuados incluyen cualquiera de los mencionados anteriormente en el presente documento. En particular, dichos coadyuvantes dispersantes adicionales incluyen almidones, por ejemplo, National 465, Purity W o almidón B990; o polímeros o copolímeros de acrilatos, por ejemplo, Tinovis CD, Ultragel 300 y Rheocare TTA.

10 Cuando se emplean coadyuvantes dispersantes adicionales, se pueden usar en cantidades en el intervalo de 0,1 a 5,0%, más particularmente 0,5 a 4% en peso y aún más particularmente 1 a 3% en peso, basadas en el peso de la suspensión.

- 15 La hidroxietilcelulosa se agrega preferiblemente a la suspensión una vez que se forma. La adición de hidroxietilcelulosa durante la formación de las cápsulas se evita preferiblemente porque puede aumentar la viscosidad de la suspensión durante la preparación de la cápsula y ser perjudicial para la formación de la cápsula.

La composición de perfume encapsulado de acuerdo con la presente invención puede prepararse por cualquier método conocido en la técnica para producir cápsulas por poliadición interfacial de una amina con un isocianato.

- 20 Métodos preparativos representativos se describen en los documentos WO 2011/161229 A1 y WO 2011/160733 A1. De acuerdo con los documentos WO 2011/161229 A1 o WO 2011/160733 A1 las microcápsulas de poliurea se preparan en presencia de polivinilpirrolidona (PVP) como coloide protector.

25 El documento WO 2012/107323 A1 describe microcápsulas de poliurea que tienen una cubierta de poliurea que comprende el producto de reacción de un poliisocianato con guanazol y un aminoácido en presencia de agentes estabilizantes o tensioactivos aniónicos como poli(alcohol vinílico) aniónico, tales como Mowiol® KL-506 vendido por Kuraray.

El documento EP 0 537 467 describe microcápsulas preparadas a partir de isocianatos que contienen grupos poli(óxido de etileno), en presencia de agentes estabilizantes como el poli(alcohol vinílico), p. ej., poli (acetato de vinilo) parcial o totalmente saponificado.

- 30 El documento WO 2007/096592 A1 describió un procedimiento de microencapsulación en el que una fase oleosa se emulsiona en una fase acuosa continua, generalmente estabilizada por un sistema tensioactivo como los poli(alcoholes vinílicos) o sus derivados carboxilados y sulfonados.

35 En un procedimiento típico, la composición de perfume encapsulado se puede preparar de acuerdo con un procedimiento en el que se prepara una fase acuosa que contiene un tensioactivo y/o un coloide protector tales como los descritos a continuación. La fase acuosa se agita vigorosamente durante un período de tiempo de solo unos pocos segundos hasta unos pocos minutos. Entonces se puede agregar una fase hidrófoba a la fase acuosa. La fase hidrófoba contendrá el perfume a encapsular y un isocianato. La fase hidrófoba también puede incluir disolventes adecuados, aunque, en un aspecto preferido de la presente invención, no se emplean disolventes. Después de un período de agitación vigorosa, se obtiene una emulsión, en la que la fase hidrófoba se dispersa como pequeñas gotas en la fase continua acuosa. La velocidad de agitación se puede ajustar para influir en el tamaño de las gotas de la fase hidrófoba en la fase acuosa.

Luego se agrega una solución acuosa que contiene la amina para iniciar la reacción de poliadición. La cantidad de amina que se introduce está usualmente en exceso, en relación con la cantidad estequiométrica necesaria para convertir los grupos isocianato libres.

- 45 La reacción de poliadición transcurre generalmente a una temperatura que varía de aproximadamente 0 a 100 grados centígrados, durante un período de tiempo que varía de unos pocos minutos a varias horas.

Las condiciones para crear cápsulas por poliadición interfacial son bien conocidas en la técnica y en este documento no se necesita ninguna elaboración adicional de esas condiciones, que están dentro del alcance de un experto. La descripción específica relacionada con la preparación de las cápsulas se proporciona en los ejemplos a continuación.

- 50 Las aminas útiles en la formación de cápsulas incluyen aquellos compuestos que contienen uno o más grupos amina primarios o secundarios, que pueden reaccionar con isocianatos para formar una poliurea. Cuando la amina contiene solo un grupo amino, el compuesto contendrá uno o más grupos funcionales adicionales que formarían una red a través de una reacción de polimerización.

Ejemplos de aminas adecuadas incluyen 1,2-etilendiamina, 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, hidrazina, 1,4-diaminociclohexano y 1,3-diamino-1-metilpropano, dietilentriamina, trietilentetramina y bis(2-metilaminoetil)metilamina.

5 Otras aminas útiles incluyen polietilenaminas $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_n$ tales como etilenamina, dietilenamina, etilendiamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina; polivinilaminas $(\text{CH}_2\text{CHNH}_2)_n$ vendidas por BASF (diferentes grados de Lupamine); polietileniminas $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N})_x-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_y-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_z$ vendidas por BASF bajo los grados Lupasol™; poliéteramina (Jeffamine de Huntsman); guanidina, sal de guanidina, melamina, hidrazina y urea.

Una amina particularmente preferida es una polietilenimina (PEI), más particularmente una PEI de la gama Lupasol™ suministrada por BASF, aún más particularmente Lupasol™ PR8515.

10 Isocianatos útiles en la formación de microcápsulas de poliurea incluyen isocianatos di y trifuncionalizados tales como 1,6-diisocianatohexano, 1,5-diisocianato-2-metilpentano, 1,5-diisocianato-3-metilpentano, 1,4-diisocianato-2,3-dimetilbutano, 2-etil-1,4-diisocianatobutano, 1,5-diisocianatopentano, 1,4-diisocianatobutano, 1,3-diisocianatopropano, 1,10-diisocianatodecano, 1,2-diisocianatociclobutano, bis(4-isocianatociclohexil)metano o 3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-1-isocianatociclohexano.

15 Otros isocianatos útiles incluyen también los oligómeros basados en esos monómeros tipo isocianato, tales como un homopolímero de 1,6-diisocianatohexano. Todos esos monómeros y oligómeros son vendidos por Bayer bajo el nombre comercial Desmodur. También están incluidos los isocianatos modificados y, en particular, un isocianato dispersable en agua, tal como un poliisocianato alifático hidrófilo basado en diisocianato de hexametileno (vendido bajo el nombre BAYHYDUR™).

20 Las clases de coloide o emulsionante protector que pueden emplearse incluyen copolímeros maleico-vinílicos tales como los copolímeros de éteres vinílicos con anhídrido o ácido maleico, lignosulfonatos de sodio, copolímeros de anhídrido maleico/estireno, copolímeros de etileno/anhídrido maleico y copolímeros de óxido de propileno, etilendiamina y óxido de etileno, polivinilpirrolidona, poli(alcoholes vinílicos), ésteres de ácidos grasos de sorbitol polioxietileno y dodecilsulfato de sodio. Los poli(alcoholes vinílicos) son particularmente preferidos. Los
25 poli(alcoholes vinílicos) particularmente preferidos son el tipo de polímero G disponible en Nichigo.

Los coloides protectores particulares incluyen copolímeros de poli(alcohol vinílico) que tienen un grado de hidrólisis en el intervalo de 85 a 99,9%. Como se usa en este documento, la expresión "copolímero de poli(alcohol vinílico)" significa un polímero de alcohol vinílico/acetato de vinilo con comonómeros.

30 Se sabe que el poli(alcohol vinílico) se produce por hidrólisis (desacetilación) de poli(acetato de vinilo), mediante lo que los grupos éster de poli(acetato de vinilo) se hidrolizan en grupos hidroxilo, formando así poli(alcohol vinílico).

El grado de hidrólisis refleja el porcentaje de grupos que se convierten por hidrólisis. La expresión "poli(alcohol vinílico)" calificado por un grado de hidrólisis significa, por lo tanto, un polímero vinílico que contiene tanto grupos éster como hidroxilo.

35 En una realización particular de la invención, pueden usarse como coloides protectores copolímeros de poli(alcohol vinílico) con un grado de hidrólisis en el intervalo de 85 a 99,9%, más particularmente de 85% a 95%.

El grado de hidrólisis puede determinarse mediante técnicas bien conocidas en la técnica, por ejemplo, según la norma DIN 53401.

40 Los copolímeros de poli(alcohol vinílico) contienen comonómeros de adición, es decir, comonómeros que se polimerizan con un éster vinílico en una primera etapa, seguida de hidrólisis de los grupos éster para formar el copolímero de poli(alcohol vinílico) en una segunda etapa. Los copolímeros pueden formarse por polimerización radical de acetato de vinilo y comonómeros de una manera conocida per se.

Los copolímeros de poli(alcohol vinílico) pueden contener hidrocarburos insaturados como comonómeros. Estos hidrocarburos pueden modificarse con grupos funcionales cargados o no cargados. Los comonómeros particulares incluyen, pero no se limitan a:

- 45
- Hidrocarburos insaturados con 2 o 3 átomos de carbono y sin grupos funcionales, p. ej., etileno;
 - Hidrocarburos insaturados que tienen de 2 a 6 átomos de carbono y grupos funcionales no cargados, tales como grupos hidroxilo, p. ej., buten-1,4-diol;
 - Hidrocarburos insaturados que tienen grupos aniónicos, tales como grupos carboxilo y/o ácido sulfónico;
 - Hidrocarburos insaturados que tienen grupos catiónicos, tales como grupos de amonio cuaternario.

50 Los copolímeros particulares de poli(alcohol vinílico) incluyen aquellos que tienen un grado de hidrólisis de 85 a 99,9%, y más particularmente de 85% a 95%; y que contienen:

- 0,1 a 30% en moles de comonómeros que contienen grupos aniónicos como se mencionó anteriormente; o
- 0,1 a 30% en moles de comonómeros que contienen grupos catiónicos como se mencionó anteriormente; o
- 0,1 a 30% en moles de comonómeros con hidrocarburos insaturados que tienen de 2 a 6 átomos de carbono y grupos funcionales sin carga, especialmente dos grupos hidroxilo,

5 en donde el % en moles se basa en la mezcla de polimerización de acetato de vinilo/comonómero.

Copolímeros adecuados de poli(alcohol vinílico) y comonómeros que tienen estructura de 1,2-diol se describen en los documentos EP 2 426 172 y EP 2 648 211.

Los siguientes coloides protectores son particularmente útiles en la preparación de composiciones de cápsulas de poliurea de la presente invención:

- 10
- Copolímeros aniónicos de poli(alcohol vinílico) con un grado de hidrólisis superior al 80%, preferiblemente del 85,0% al 99,5%, y una viscosidad de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por ejemplo, polímero K KL-318 de Kuraray (viscosidad 20-30 mPas, hidrólisis 85,0 a 90,0%); Gohsenal T-350 de Nippon Gohsei (viscosidad 27-33 mPas, hidrólisis 93,0 a 95,0%); Gohseran L-3266 de Nippon Gohsei (viscosidad 2,3 a 2,7 mPas, hidrólisis 86,5 a 89,0%)
- 15
- Copolímeros de poli(alcohol vinílico) sin carga con un grado de hidrólisis superior al 80%, preferiblemente del 85,0 al 99,5%, y una viscosidad de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por ejemplo, polímero G OKS-8041 de Nippon Gohsei (viscosidad 2,8 a 3,3 mPas, hidrólisis 88,0 a 90,0%), polímero G AZF-8035 de Nippon Gohsei (viscosidad 2,8 a 3,3 mPas, hidrólisis 98,5 a 99,5%); y
- 20
- Copolímeros catiónicos de poli(alcohol vinílico) con un grado de hidrólisis superior al 80%, y más particularmente del 85,0 al 99,5%, y una viscosidad de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por ejemplo, Gohsefimer K-210 de Nippon Gohsei (viscosidad 18,0 a 22,0 mPas, hidrólisis 85,5 a 88,0%).

El coloide protector puede o no ser un componente de la cubierta de la cápsula. Generalmente, la cantidad total de coloide protector expresada como un porcentaje en peso basado en el peso de la suspensión está en el intervalo de 0,1 a 20%, más particularmente de 1% a 10% y aún más particularmente de 1,5% a 5% en peso.

25 En la presente invención también se pueden emplear combinaciones de dos o más coloides protectores diferentes.

Si la composición de perfume encapsulado de la presente invención está destinada a almacenarse en forma de una suspensión, el pH de la suspensión se ajusta a un valor de 5 a 10. En una suspensión alcalina, esto se puede lograr con la adición de un ácido adecuado, tal como ácido cítrico o ácido fórmico.

30 Además, típicamente se agrega un conservante a la suspensión para evitar la contaminación microbiana, la composición de perfume encapsulado de la presente invención puede contener un conservante. El conservante puede estar encapsulado y/o puede estar contenido en el medio de suspensión acuoso de la suspensión. Los conservantes adecuados incluyen compuestos cuaternarios, compuestos de biguanida y mezclas de los mismos. Ejemplos no limitantes de compuestos cuaternarios incluyen cloruros de benzalconio y/o cloruros de benzalconio sustituidos tales como los comercialmente disponibles Barquat® (disponible en Lonza), Maquat® (disponible en Mason), Variquat® (disponible en Witco/Sherex) y Hyamine® (disponible en Lonza); di(C6-C14)alquil di-cadena corta (alquilo y/o hidroxialquilo de C1-4)cuaternario tales como los productos Bardac® de Lonza; Cloruros de N-(3-cloroalil)hexaminio tales como Dowicide® y Dowicil® disponibles en Dow; cloruro de bencetonio tal como Hyamine® de Rohm & Haas; cloruro de metilbencetonio representado por Hyamine® 10* suministrado por Rohm & Haas, cloruro de cetilpiridinio, tal como cloruro de Cepacol disponible en Merrell Labs; y compuestos tipo diésteres de amonio cuaternario. Ejemplos de compuestos tipo dialquil-cuaternarios preferidos son cloruro de di(C8-C12)dialquil-dimetilamonio, tal como cloruro de didecildimetilamonio (Bardac® 22) y cloruro de dioctildimetilamonio (Bardac® 2050). Los compuestos cuaternarios útiles como agentes conservantes catiónicos y/o antimicrobianos en la presente invención se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en cloruros de dialquildimetilamonio, cloruros de alquildimetilbencilamonio, cloruros de dialquilmetilbencilamonio y mezclas de los mismos. Otros agentes activos antimicrobianos catiónicos preferidos útiles en el presente documento incluyen cloruro de diisobutilfenoxietoxietil dimetilbencilamonio (disponible comercialmente con el nombre comercial Hyamine® 1622 en Rohm & Haas) y cloruro de (metil)diisobutilfenoxietoxietil dimetilbencilamonio (es decir, cloruro de metilbencetonio).

35

40

45

La composición de perfume encapsulado puede contener tensioactivos. Los tensioactivos incluyen variedades no iónicas, catiónicas, aniónicas y zwitteriónicas.

50 Además del perfume encapsulado, la suspensión puede contener en el medio portador acuoso perfume no encapsulado, es decir, libre, externo a las cápsulas.

El procedimiento descrito anteriormente es un medio conveniente y versátil para preparar composiciones de perfumes encapsulados de la presente invención. Se pueden preparar composiciones de perfumes encapsulados que contienen

cápsulas de poliurea que tienen una amplia gama de dimensiones. Las composiciones de perfumes encapsulados según la presente invención pueden comprender cápsulas que tienen un diámetro medio de cápsula en volumen de 20 a 250 micrómetros, más particularmente de 20 a 90 micrómetros, aún más particularmente de 20 a 75 micrómetros, y más particularmente aún de 30 a 50 micrómetros.

5 Como se usa en este documento, el tamaño promedio de partícula en volumen se mide mediante mediciones de dispersión de luz usando un instrumento Malvern 2000S y la teoría de dispersión de Mie. El principio de la teoría de Mie y cómo se puede utilizar la dispersión de la luz para medir el tamaño de la cápsula, puede encontrarse en, por ejemplo, H. C. van de Hulst, Light Scattering by samall particles. Dover, Nueva York, 1981. La información principal proporcionada por la dispersión de la luz estática es la dependencia angular de la intensidad de la dispersión de la luz,
10 que a su vez está relacionada con el tamaño y la forma de las cápsulas. Sin embargo, en un método de operación estándar, el tamaño de una esfera que tiene un tamaño equivalente al tamaño del objeto difractante, cualquiera que sea la forma de este objeto, se calcula mediante el software propiedad de Malvern proporcionado con el aparato. En el caso de muestras polidispersas, la dependencia angular de la intensidad de dispersión global contiene información sobre la distribución de tamaños en la muestra. La respuesta es un histograma que representa el volumen total de
15 cápsulas que pertenecen a una clase de tamaño dada en función del tamaño de la cápsula, mientras que típicamente se elige un número arbitrario de 50 clases de tamaño.

Experimentalmente, se agregan unas pocas gotas de suspensión que contienen aproximadamente el 10% de cápsulas a una corriente circulante de agua desgasificada que fluye a través de una celda de dispersión. La distribución angular de la intensidad de dispersión es medida y analizada por el software propiedad de Malvern para proporcionar el tamaño
20 promedio y la distribución de tamaños de las cápsulas presentes en la muestra. En el contexto de la presente invención, los percentiles Dv 10, Dv 50 y Dv 90 se usan como características de la distribución de tamaños de las cápsulas, mientras que Dv 50 corresponde a la mediana de la distribución.

El peso de la cubierta, expresado como el porcentaje del peso total de las cápsulas de poliurea (material del núcleo + material de la cubierta), es un parámetro importante para determinar tanto la estabilidad como el funcionamiento de
25 las cápsulas de poliurea.

El solicitante ha descubierto que las cápsulas de poliurea pueden ser difíciles de producir con un espesor de cubierta muy uniforme.

Las cápsulas de poliurea se forman mediante un procedimiento de polimerización interfacial. Se prepara una emulsión de aceite en agua y los materiales que forman la cubierta están contenidos tanto en la fase dispersa oleosa como en
30 la fase continua acuosa. Para que tenga lugar la formación de la cubierta, el material de formación de la cubierta debe difundirse a través de dos fases diferentes para alcanzar la interfase aceite-agua antes de reaccionar para formar la cubierta de la cápsula. Las propiedades o características de la cubierta se verán directamente afectadas por la composición de la fase oleosa, que, en el caso de un aceite perfume, típicamente contendrá decenas o incluso cientos de ingredientes de perfume diferentes, cada uno con sus propias propiedades físicas y químicas (tales como la
35 solubilidad y el coeficiente de partición). La velocidad a la que un material formador de la cubierta podrá difundirse hacia la interfase aceite-agua variará dependiendo de la composición del aceite perfume complejo. Como resultado, puede ser difícil controlar con precisión la morfología de la cubierta, en particular la uniformidad del grosor de la cubierta. Como tal, el grosor de la cubierta puede ser un parámetro poco fiable, que no se correlaciona bien con el funcionamiento de la cápsula.

40 Esto puede contrastarse, por ejemplo, con cápsulas de núcleo-cubierta fabricadas por un procedimiento de coacervación compleja (cápsulas de gelatina, por ejemplo). En dicho procedimiento, se provoca que los coloides coacerven alrededor de gotas de aceite dispersas en una fase acuosa externa. Sin embargo, a diferencia del procedimiento utilizado en la formación de cápsulas de poliurea, todo el material formador de la cubierta está contenido en una sola fase (la fase acuosa externa) y solo tiene que migrar a la interfase aceite-agua a través de esta fase.
45 Además, estas cápsulas se forman típicamente alrededor de gotitas de un aceite o disolvente de sacrificio que tiene una clogP muy alta. Solo una vez que se forman las cápsulas, se sumergen en una composición de perfume, que se difunde en los núcleos de las cápsulas para desplazar el aceite/disolvente. Este procedimiento de coacervación promueve la formación de cápsulas regularmente conformadas con un espesor de cubierta uniforme.

En consecuencia, el solicitante encontró que el peso de la cubierta es un parámetro más fiable que el grosor de la
50 cubierta con el fin de controlar la calidad de las cápsulas de poliurea. El peso de la cubierta se puede manipular de forma sencilla controlando la cantidad de monómeros formadores de la cubierta añadida durante el procedimiento de encapsulación.

En una realización particular de la presente invención, el peso de la cubierta de las cápsulas de poliurea, expresado como un porcentaje del peso total de las cápsulas (material encapsulado + material de la cubierta), es 5% a 40%, aún
55 más particularmente 10% a 25% y aún más particularmente 12% a 20%.

La relación del peso de la cubierta con el diámetro medio en volumen de las cápsulas también es importante para determinar las características de liberación de la composición de perfume encapsulado.

Más particularmente, el solicitante encontró que podían formarse cápsulas rompibles que eran lo suficientemente robustas mecánicamente de manera que, cuando no se someten a fuerzas de compresión o de cizallamiento, proporcionan muy poca impresión de perfume, pero liberan perfume en respuesta a una agitación mecánica vigorosa. El solicitante encontró que esto podría lograrse si la relación del peso de la cubierta (expresada como un porcentaje del peso total de las cápsulas: material encapsulado + material de la cubierta) al diámetro de la cápsula (expresado en micrómetros) es de $0,7 \text{ micrómetros}^{-1}$ o menos, más particularmente $0,6 \text{ micrómetros}^{-1}$ o menos, y aún más particularmente $0,2 \text{ micrómetros}^{-1}$ o menos. Las cápsulas caracterizadas por esta relación son particularmente adecuadas para su incorporación en productos aplicados sin enjuague posterior, tales como desodorantes y antitranspirantes, en los que, tras la aplicación, pueden liberar perfume en respuesta al contacto de fricción entre la piel y la piel o la ropa.

En una realización de la invención, la tensión de ruptura nominal de las cápsulas de poliurea, expresada en MPa está en el intervalo de 0,1 a 2 MPa, más particularmente 0,2 MPa a 1,5 MPa, y aún más particularmente 0,4 MPa a 1 MPa.

La tensión nominal de ruptura se puede medir mediante la técnica de micro-manipulación, que es conocida en la técnica. Las cápsulas se diluyen en agua destilada y se secan en una platina de microscopio durante 30 minutos a temperatura ambiente ($24 \pm 1^\circ\text{C}$). El principio de la técnica de micro-manipulación es comprimir una única cápsula entre dos superficies paralelas. Una única cápsula es comprimida y retenida, comprimida y liberada, y comprimida hasta grandes deformaciones o hasta la ruptura a una velocidad preestablecida de 1 micrómetro por segundo. Simultáneamente, se pueden determinar la fuerza que se les impone y su deformación. La técnica utiliza una sonda fina colocada perpendicular a la superficie de la muestra de cápsula. La sonda está conectada a un transductor de fuerza, que está montado en un micro-manipulador tridimensional que puede programarse para moverse a una velocidad determinada. Todo el procedimiento se lleva a cabo en un microscopio invertido. A partir de la curva de fuerza versus tiempo de muestreo, se obtienen la relación entre la fuerza y la deformación de la cápsula hasta el estallido, y su diámetro inicial. La técnica de micro-manipulación se explica más completamente en Zhang, Z., Saunders, R. y Thomas, C. R., Micromanipulation measurements of the bursting strength of single microcapsules, Journal of Microencapsulation 16 (1), 117-124 (1999). La fuerza en la ruptura de la cápsula expresada en unidades de fuerza (Newton), que luego se convierte en tensión de ruptura, se expresó en unidades de presión (Pascal), al dividir la fuerza de ruptura entre el área de la sección transversal de la cápsula. La punta, o sonda, utilizada para la micro-manipulación debe ser aproximadamente del mismo tamaño que las cápsulas, y típicamente está entre 10-50 micrómetros. Típicamente, la fuerza de ruptura se mide en cápsulas individuales y se repite típicamente en 50 cápsulas y el valor promedio se usa para calcular la tensión nominal de ruptura según la presente invención.

La carga de la cápsula se determina variando la proporción de material de formación de la cubierta y de material de formación del núcleo empleado en el procedimiento de encapsulación. Dentro de una composición de perfume encapsulado de la presente invención se pueden encapsular elevadas cantidades de perfume.

En una realización particular de la presente invención, la cantidad de cápsulas (material encapsulado + material de cubierta) en la suspensión está en el intervalo de 5% a 75%, más particularmente de 25% a 50%, y aún más particularmente de 30% a 40 % en peso, basada en el peso de la suspensión.

Además, la cantidad total de perfume encapsulado expresada como un porcentaje en peso basado en el peso de la suspensión está en el intervalo de 10% a 50%, más particularmente de 20% a 40% y aún más particularmente de 25 a 35% en peso.

Además, se pueden encapsular altas cargas de perfume a pesar del peso relativamente bajo de la cubierta. De hecho, en otro aspecto de la presente invención, la relación de perfume total encapsulado al material de la cubierta puede variar de 60% a 95% en peso, más particularmente de 75% a 80% y aún más particularmente de 80% al 88% en peso.

La relación en peso núcleo-cubierta se puede obtener pesando una cantidad de cápsulas que habían sido previamente lavadas con agua y separadas por filtración. Luego se extrae el núcleo mediante técnicas de extracción con disolventes para obtener un peso del núcleo. El peso de la cubierta se obtiene del balance de masas simple teniendo en cuenta la cantidad inicial de materiales de encapsulación en % en peso.

Los núcleos de las cápsulas están llenos de aceite perfume. El aceite perfume está compuesto por uno o más ingredientes del perfume. En términos generales, los ingredientes del perfume pertenecerán a clases químicas tan variadas como alcoholes, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, hidrocarburos terpénicos, compuestos heterocíclicos nitrogenados o sulfurados y aceites esenciales, que pueden ser de origen natural o sintético. En cualquier caso, muchos de estos ingredientes del perfume se listan en textos de referencia como el libro de S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals, 1969, Montclair, Nueva Jersey, EE.UU., o sus versiones más recientes, o en otras obras de naturaleza similar, así como en la abundante bibliografía de patentes en el campo de la perfumería.

Como es generalmente conocido en la técnica, la retención del perfume durante la formación de la cápsula, así como la estabilidad ante la fuga una vez que se forma una cápsula, se promueve mediante el uso de altas cantidades de ingredientes de perfumes que tengan un $C \log P$ relativamente alto. En particular, al menos 50%, más particularmente más que 60%, y aún más particularmente más que 80% de los ingredientes deben tener un $C \log P$ de 2,5 o más, y más particularmente 3,3 o más, y aún más particularmente 4,0 o más. El uso de tales ingredientes de perfumes

generalmente se considera útil para reducir la difusión del perfume a través de una cubierta de cápsula y dentro de una base de producto en condiciones específicas de tiempo, temperatura y concentración.

Se han reportado los valores de C log P de los ingredientes de perfumes en muchas bases de datos, incluida la base de datos Pomona 92, disponible en Daylight Chemical Information Systems, Inc., Daylight CIS, Irvine, California.

5 Es común usar disolventes mezclados con los ingredientes del perfume. Los materiales disolventes son materiales hidrófobos que son miscibles en los ingredientes del perfume y que tienen poco o ningún olor en las cantidades empleadas. Los disolventes comúnmente empleados tienen valores altos de C log P, por ejemplo, mayores que 6 e incluso mayores que 10. Los disolventes incluyen aceite de triglicéridos, mono y diglicéridos, aceite mineral, aceite de silicona, ftalato de dietilo, polialfaolefinas, aceite de ricino y miristato de isopropilo.

10 El documento US 2011/071064 A1 se refiere a cápsulas de poliurea para su uso en aplicaciones para el cuidado personal. Se refiere particularmente a los medios de manipular las propiedades de la cubierta para manipular el perfil de liberación de las cápsulas. En el mismo se indica que se debe emplear un disolvente en el núcleo en una cantidad mayor que 10%, más particularmente mayor que 30% y aún más particularmente mayor que 70% en peso.

15 Sorprendentemente, el solicitante encontró que es posible no emplear sustancialmente ningún material disolvente en el núcleo. De hecho, el solicitante encontró que es posible preparar composiciones de perfumes encapsulados en las que los núcleos encapsulados están compuestos completamente por ingredientes de perfume y sin disolventes. Se pueden emplear composiciones de perfumes encapsulados sin disolvente, en particular, cuando los ingredientes de perfume que constituyen el material del núcleo tienen una solubilidad en agua limitada. En particular, el material del núcleo debe estar formado preferiblemente de una gran proporción de ingredientes de perfume que tengan una solubilidad en agua de 15.000 ppm o menos, más particularmente 5.000 ppm o menos, y aún más particularmente 3.000 ppm o menos. Más particularmente, al menos el 60%, más particularmente al menos el 70% y aún más particularmente al menos el 80% de los ingredientes de perfume deben tener una solubilidad en agua de 15.000 ppm o menos, más particularmente 5.000 ppm o menos, y aún más particularmente 3.000 ppm o menos.

25 Evitar el uso de un disolvente en los núcleos de las cápsulas es generalmente ventajoso en términos de costo y medio ambiente. Pero más particularmente, en relación con los productos sin enjuague, si se es capaz de preparar cápsulas con alta carga de perfume evitando el uso de disolventes, se pueden preparar composiciones de perfumes encapsulados con contenidos más bajos de cápsulas. Cuanto menor sea la cantidad de cápsulas empleadas, menor será la probabilidad de que se depositen residuos visibles sobre las prendas en contacto íntimo con la piel del sujeto.

30 Mientras que la composición de perfume encapsulado de la presente invención puede emplearse para encapsular cualquier ingrediente de perfumes, el solicitante encontró que puede haber dificultades asociadas con la encapsulación de ingredientes de perfumes que poseen la funcionalidad aldehído. Más específicamente, se sabe que los ingredientes de perfumes que contienen la funcionalidad aldehído reaccionarán con la funcionalidad amina de los monómeros utilizados en la formación de la pared de las cápsulas. Esto puede dar lugar a un fallo completo en la encapsulación de los aceites olorosos que contienen ingredientes de perfumes tipo aldehído, o si se forman cápsulas, la carga de aceite oloroso es baja, y las cápsulas son susceptibles de agregación. La baja retención de aceite oloroso es costosa, mientras que los fenómenos de agregación son, como mínimo, estéticamente indeseables y, en el peor de los casos, pueden provocar problemas de fabricación y un mal funcionamiento de la cápsula, por lo que deben evitarse tanto como sea posible.

40 El documento WO 2011/161265 A2 propuso una solución a este problema, que consistía en presentar ingredientes de perfumes tipo aldehído en forma de precursores de aldehído, en los que la funcionalidad aldehído está protegida y, por lo tanto, es incapaz de reaccionar con los monómeros tipo amina durante la formación de la cápsula. No obstante, si bien esta es una solución interesante al problema, hay un costo y complejidad adicionales asociados con la preparación de precursores de ingredientes de perfumes tipo aldehído.

45 En una realización particular de la presente invención, cuando la composición de perfume encapsulado se emplea para encapsular ingredientes de perfumes que contienen aldehídos, además de dichos ingredientes de perfumes tipo aldehído, el perfume encapsulado debe contener un ingrediente de perfumes cíclico no aromático y un salicilato de alquilo y/o un acetal 2,2,2-trisustituido, en donde dicho acetal tiene la fórmula general



50 en donde R₁ es un residuo alquilo o aromático saturado o insaturado que tiene al menos 4 átomos de carbono, más preferiblemente al menos 5 átomos de carbono y lo más preferiblemente al menos 6 átomos de carbono, pero no más que 10 átomos de carbono; R₂ y R₃ se seleccionan independientemente de un residuo alquilo saturado o insaturado que tiene al menos un átomo de carbono; y R₄ y R₅ se seleccionan independientemente de un grupo metilo y/o un grupo etilo.

55 En una realización más particular de la invención, además de un ingrediente de perfumes que contiene aldehídos, el perfume encapsulado comprende un ingrediente de perfumes cíclico no aromático y un salicilato de alquilo.

En una realización más particular de la invención, el perfume encapsulado comprende, además de un ingrediente de perfume que contiene aldehído, un ingrediente de perfume cíclico no aromático y un salicilato de alquilo y un acetal 2,2,2-trisustituido, anteriormente definido.

5 La expresión "ingrediente de perfumes cíclico" como se usa en este documento se refiere a una molécula útil como ingrediente de perfumes, que contiene dentro de su estructura química una serie de átomos que forman un anillo cerrado. Ese anillo puede ser aromático o alifático. Puede ser mono o policíclico, y puede contener heteroátomos. El anillo puede llevar sustituyentes o puede no estar sustituido.

10 El ingrediente de perfumes tipo aldehído puede ser cualquier aldehído útil en perfumería o como aromatizante. El experto en la técnica de la perfumería tiene a su disposición una paleta de ingredientes que contienen la funcionalidad aldehído, y estos ingredientes se contemplan en la presente invención como representantes de ingredientes de perfumes tipo aldehído. El aldehído puede ser un aldehído alifático, un aldehído cicloalifático y un aldehído de terpeno acíclico, un aldehído de terpeno cíclico o un aldehído aromático.

Más particularmente, los aldehídos incluyen, pero no se limitan a, el siguiente grupo de aldehídos, en donde los números CAS se proporcionan entre paréntesis:

15 DECANAL (112-31-2), 2-METIL DECANAL (ALDEHÍDO C-11 (19009-56-4)), 10-UNDECEN-1-AL (112-45-8), UNDECANAL (112-44-7), DODECANAL (112-54-9), 2-METIL UNDECANAL (110-41-8), HEPTANAL (111-71-7), OCTANAL (124-13-0), VERDE HEXANAL (5435-64-3), NONANAL (124-19-6), MEZCLA UNDECENAL (1337-83-3), (Z)-4-DECENAL (21662-09-9), (E)-4-DECENAL (65405-70-1), 9-DECENAL (39770-05-3), ALDEHÍDO ISOVALERIÁNICO (590-86-3), ALDEHÍDO AMIL-CINNÁMICO (122-40-7), ALDEHÍDO METIL-CINNÁMICO (101-39-3), METIL FENIL HEXENAL (21834-92-4), ALDEHÍDO FENIL-PROPIONICO (104-53-0), PARA-TOLIL ALDEHÍDO (104-87-0), PARA-ANISALDEHÍDO (123-11-5), BENZALDEHÍDO (100-52-7), CICLAL C (68039-49-6), TRICICLAL (68039-49-6), CICLOMIRAL (68738-94-3), ISOCICLOCITRAL (1335-66-6), MACEAL (68259-31-4), SAFRANAL (116-26-7), HELIOTROPINA (120-57-0), ALDEHÍDO HEXIL-CINNÁMICO (101-86-0), BOURGEONAL (18127-01-0), ALDEHÍDO CINNÁMICO (104-55-2), ALDEHÍDO CUMÍNICO (122-03-2), ALDEHÍDO CICLAMEN (103-95-7), 25 CICLOHEXAL (31906-04-4), FENALDEHÍDO (5462-06-6), FLORALOZONA (67634-15-5), FLORHIDRAL (125109-85-5), ALDEHÍDO HIDRATÓPICO (93-53-8), LILIAL (80-54-6), MEFRANAL (55066-49-4), MIRALDENO (37677-14-8), SILVIAL (6658-48-6), TRIFERNAL (16251-77-7), 2-TRIDECENAL (7774-82-5), DUPICAL (30168-23-1), SCENTENAL (86803-90-9), PRECICLEMONA B (52475-86-2), VERNALDEHÍDO (66327-54-6), HEXANAL (66-25-1), ADOXAL (141-13-9), CALIPSONA (929253-05-4), CETONAL (65405-84-7), CITRAL (5392-40-5), CITRONELAL (106-23-0), 30 CITRONELIL OXIACETALDEHÍDO (7492-67-3), DIHIDROFARNESAL (32480-08-3), HIDROXICITRONELAL (107-75-5), MELONAL (106-72-9), METOXIMELONAL (62439-41-2), NONADIENAL (557-48-2), ONCIDAL (54082-68-7), PINOACETALDEHÍDO (33885-51-7), TETRAHIDRO CITRAL (5988-91-0), TROPIONAL (1205-17-0), ETIL-VANILLINA (121-32-4), VANILLINA (121-33-5).

35 Cuando se asignan ingredientes de perfumes a categorías, se considera que, para el propósito de la presente invención, un ingrediente de perfumes que contiene la funcionalidad aldehído y un anillo es un ingrediente de perfumes tipo aldehído y no un ingrediente de perfumes cíclico.

40 La extensión de un fenómeno de agregación depende de una serie de factores, que incluye la reactividad del ingrediente de perfumes tipo aldehído hacia los monómeros utilizados en la formación de las cápsulas, p. ej., un monómero tipo amina, así como la solubilidad del ingrediente de perfumes tipo aldehído en medios acuosos. Como el procedimiento de formación de la cubierta de la cápsula es un procedimiento interfacial y las aminas utilizadas están sustancialmente contenidas en la fase acuosa, el grado en que un ingrediente de perfumes tipo aldehído se repartirá en la fase acuosa puede afectar a su reactividad hacia la amina.

45 En una realización particular de la presente invención, la composición de perfume encapsulado puede contener hasta 6% en peso basado en el peso total del perfume encapsulado. Más particularmente, la composición de perfume encapsulado contiene ingredientes de perfumes encapsulados tipo aldehído dentro del intervalo de 0,01% a 6% en peso, más particularmente aún 0,01 a 5,5%, aún más particularmente 0,01 a 5%, aún más particularmente 0,01 a 4,5%, aún más particularmente 0,01 a 4,0%, aún más particularmente 0,01 a 3,5%, aún más particularmente 0,01 a 3%, aún más particularmente 0,01 a 2%, aún más particularmente 0,01 a 1% en peso.

50 Los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes incluyen, entre otros, ésteres cíclicos, cetonas, cetales y alcoholes. Los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes particularmente útiles en la presente invención son los ésteres cíclicos. Los ejemplos de ésteres cíclicos útiles incluyen TERPENOS ACETILADOS DE ACEITE DE CLAVO (68425-19-4), AGRUMEX (88-41-5), PROPIONATO DE ALIL CICLOHEXILO (2705-87-5), AMBER CORE (139504-68-0), AMBREINA (8016-26-0), AMBREINOL (73138-66-6), AMBRETOLIDA (28645-51-4), AMBRINOL (41199-19-3), AMBROFIX (6790-58-5), AFERMATO (25225-08-5), AZARBRE (68845-36-3), BICICLO-NONALACTONA (4430-31-3), BOISIRIS (68845-00-1), BORNEOL (507-70-0), ACETATO DE BORNILO LÍQUIDO (125-12-2), PARA-BUTIL-CYCLOHEXANOL (98-52-2), ACETATO DE PARA-BUTIL-CICLOHEXILO (32210-23-4), CAMONAL (166301-22-0), ALCANFOR SINTÉTICO (76-22-2), LEVO CARVONA (6485-40-1), CASHMERAN (33704-61-9), CEDRENO (11028-42-5), CEDRENOL (28231-03-0), CEDROL (77-53-2), EPOXIDO DE MADERA (71735-79-0), CRISTALES DE ACETATO DE CEDRILO (77-54-3), CEDRIL METIL ÉTER (19870-74-7), CETONA DE APIO (3720-16-9), CETALOX

(3738-00-9), CIVETONA (542-46-1), CONIFERAN (67874-72-0), CORANOL (83926-73-2), COSMONA (259854-70-1), CICLOGALBANATO (68901-15-5), ACETATO DE CICLOHEXIL ETILO (21722-83-8), CYPRIS ATE (23250-42-2), DAMASCENONA (23696-85-7), ALFA-DAMASCONA (24720-09-0), BETA-DAMASCONA (23726-92-3), DELTA-DAMASCONA (57378-68-4), DELTA-DECALACTONA (705-86-2), GAMMA-DECALACTONA (706-14-9), DECATONA (34131-98-1), DIHIDRODIHIDRO-AMBRATO (37172-02-4), BETA-DIHIDROIONONA (17283-81-7), DIHIDRO-JASMONA (1128-08-1), DELTA-DODECALACTONA (713-95-1), DODECALACTONA GAMMA (2305-05-7), DUPICAL (30168-23-1), SAFRANATO DE ETILO (35044-59-8), BRASILATO DE ETILENO (105-95-3), EUCALIPTOL (470-82-6), ALFA-FENCONA (7787-20-4), ACETATO DE FENCHILO (13851-11-1), FENCHIL ALCOHOL (1632-73-1), FLOROCICLENO (68912-13-0), FLOROSA (63500-71-0), FLORIMOSS (681433-04-5), FOLENOX (26619-69-2), FOLROSIA (4621-04-9), FRESCOMENTA (14765-30-1), FRUITATO (80623-07-0), GALBANONA PURA (56973-85-4), GARDOCICLENO (67634-20-2), GEORGYWOOD (185429-83-8), GIVESCONA (57934-97-1), GLICOLIERRAL (68901-32-6), GRISALVA (68611-23-4), GIRANO (24237-00-1), HABANOLIDA (111879-80-2), HEDIONA (24851-98-7), HEPTALACTONA GAMMA (105-21-5), HERBANAT E (116126-82-0), HERBAVERT (67583-77-1), HERBOXANO (54546-26-8), BETA-IONONA (8013-90-9), IRISANTEMO (1335-46-2), ALFA-IRISONA (8013-90-9), ALFA-IRONA (79-69-6), IRONA F (54992-91-5), ISO E SUPER (54464-57-2), ISOJASMONA B 11 (95-41-0), ISOLONGIFOLANONA (23787-90-8), ISOMENTONA DL (491-07-6), ISOPULEGOL (89-79-2), ISORALDEINA 40, 70 y 90 (1335-46-2), JASMACICLENO (5413-60-5), JASMATONA (13074-65-2), JASMOLACTONA (32764-98-0), CIS JASMONA (488-10-8), JASMONIL (18871-14-2), KARANAL (117933-89-8), KEFALIS (36306-87-3), LAITONA (4625-90-5), LIGANTRAL (68738-99-8), MAYOL (13828-37-0), MENTONA (89-80-5), METAMBRATO (72183-75-6), METIL CEDRIL CETONA (32388-55-9), GAMMA METIL DECALACTONA (7011-83-8), DIHIDRO-ISOJASMONATO DE METILO (37172-53-5), EPI-JASMONATO DE METILO (39924-52-2), TUBERATO DE METILO (33673-62-0), MUSCENONA (82356-51-2), MUSCONA (541-91-3), DODECANOATO DE ETILENO (54982-83-1), LACTONA DE ALMIZCLE (3391-83-1), ACETATO DE MYRALDILO (72403-67-9), NECTARILO (95962-14-4), NIMBEROL (70788-30-6), NIRVANOLIDA (329925-33-9), NOOTKATONA (4674-50-4), ACETATO DE NOPILO (128-51-8), DELTA-OCTALACTONA (698-76-0), GAMMA-OCTALACTONA (104-50-7), OKOUMAL (131812-67-4), OPALAL (62406-73-9), ORIVONA (16587-71-6), FORMIATO DE OXICOCALINA (65405-72-3), PIVACICLENA (68039-44-1), PLICATONA (41724-19-0), POIRENATO (2511-00-4), QUINTONA (4819-67-4), RHUBOFIX (41816-03-9), RHUBOFLOL (93939-86-7), ÓXIDO DE ROSA CO (16409-43-1), ÓXIDO DE ROSA LEVO (3033-23-6), ROSITOL (215231-33-7), SAFRALEINA (54440-17-4), SANDELA (66068-84-6), ESPIRAMBRENO (121251-67-0), ESPIROGALBANONA (224031-70-3), SUPERFIX (3910-35-8), TIBETOLIDA (106-02-5), TIMBEROL (70788-30-6), TRIMOFIX O (144020-22-4), DELTA-UNDECALACTONA (710-04-3), GAMMA-VALEROLACTONA (108-29-2), VELOUTONA (65443-14-3), VELVIONA (37609-25-9), VERDALIA (27135-90-6), VERDOL (13491-79-7), VERTOFIX COEUR (32388-55-9), ACETATO DE VETIKOL (68083-58-9), ACETATO DE VETIVERILO (68917-34-0), VETINAL (57082-24-3). Los salicilatos de alquilo útiles incluyen SALICILATO DE AMILO (2050-08-0), SALICILATO DE ETILO (118-61-6), SALICILATO DE HEXENIL-3-CIS (65405-77-8), SALICILATO DE HEXILO (6259-76-3), SALICILATO DE ISOBUTILO (87-19-4), SALICILATO DE ISOBUTILO (87-19-4), KARMAFLOR (873888-84-7), SALICILATO DE METILO (119-36-8).

Los acetales 2,2,2-sustituidos útiles incluyen METIL PAMPLEMUSA (67674-46-8), AMAROCIT B (72727-59-4), NEROLIACETAL (99509-41-8).

Los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes y los salicilatos de alquilo, independientemente uno del otro, pueden estar presentes en cantidades de 10% o más en peso basadas en el peso total del perfume encapsulado, más particularmente 15% o más, más particularmente 20% o más, más particularmente 25% o más, aún más particularmente 30% o más, más particularmente 33% o más, por ejemplo 20 a 99,99%, o 25 a 99,99%, o 30 a 99,99%, o 33 a 99,99%.

En una realización particular de la presente invención, los ingredientes de perfumes tipo aldehído están presentes en una cantidad del 1% al 6% en peso, más particularmente del 2% a 5,5% en peso, aún más particularmente de 3% a 5% en peso; y los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes y/o ingredientes de perfumes tipo salicilatos de alquilo están independientemente presentes en cantidades de más que 30% en peso, aún más particularmente más que 33% en peso.

En otra realización particular de la presente invención, los ingredientes de perfumes tipo aldehído están presentes en una cantidad de 1% a 6% en peso, más particularmente 2% a 5,5% en peso, aún más particularmente 3% a 5% en peso; los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes y/o los ingredientes de perfumes tipo salicilatos de alquilo están presentes independientemente en cantidades entre 10% y 33% en peso.

En aún otra realización particular de la invención, los ingredientes de perfumes tipo aldehído están presentes en una cantidad de 1% a 6% en peso, más particularmente 2% a 5,5% en peso, aún más particularmente 3% a 5% en peso; los ingredientes cíclicos no aromáticos de perfumes y los ingredientes de perfumes tipo salicilatos de alquilo están presentes independientemente en cantidades entre 10% y 33% en peso y los acetales 2,2,2-sustituidos están presentes en cantidades de más que 25% en peso, más particularmente más que 30% en peso, aún más particularmente más que 33% en peso.

Las composiciones de perfumes encapsulados de acuerdo con la presente invención pueden incorporarse como suspensiones en productos de consumo. Sin embargo, también puede desearse incorporar composiciones de perfumes encapsulados en forma de polvo seco.

Un método para deshidratar una composición de perfume encapsulado, así como la composición de perfume encapsulado resultante en forma de polvo, representan aspectos adicionales de la presente invención.

5 La suspensión se puede secar usando técnicas conocidas en la técnica. Por ejemplo, se puede secar decantando el líquido de la suspensión y secando las cápsulas en un horno para producir una torta, que luego se puede convertir en polvo en un paso de trituración posterior.

Preferiblemente, sin embargo, el secado de la suspensión se lleva a cabo mediante secado por pulverización o secado en lecho fluido, sin manipulación adicional.

10 Las técnicas y aparatos de secado por pulverización son bien conocidos en la técnica. Un procedimiento de secado por pulverización empuja las cápsulas suspendidas a través de una boquilla y dentro de una cámara de secado. Las cápsulas se pueden arrastrar en un fluido (tal como el aire) que se mueve dentro de una cámara de secado. El fluido (que puede calentarse, por ejemplo, a una temperatura de 150 y 120°C, más preferiblemente entre 170°C y 200°C, y aún más preferiblemente entre 175°C y 185°C) provoca que el líquido se evapore, dejando atrás las cápsulas secas, que luego se pueden recoger del equipo de procesamiento y procesarse posteriormente.

15 Es convencional mezclar cápsulas secadas por pulverización con coadyuvantes de flujo para producir polvos fluidos que no sean susceptibles de apelmazarse. Los coadyuvantes de flujo incluyen sílice o silicatos, tales como sílice precipitada, pirógena o coloidal; almidones; carbonato de calcio; sulfato de sodio; celulosa modificada; zeolitas u otras partículas inorgánicas conocidas en la técnica.

20 Es bastante común, dadas las altas temperaturas y fuerzas de impactación encontradas durante un procedimiento de secado por pulverización, que las cápsulas de núcleo-cubierta pierdan parte de su material del núcleo. Además, puede que no sea posible trabajar a temperaturas suficientemente altas durante un período de tiempo suficientemente largo para expulsar toda la humedad de la suspensión, sin comprometer la estabilidad térmica de las cápsulas. En consecuencia, las cápsulas de poliurea que emergen de un procedimiento de secado por pulverización como se describe en este documento, pueden contener pequeñas cantidades de aceite superficial, así como humedad residual. Sin embargo, el solicitante encontró que el uso convencional de coadyuvantes de flujo, añadidos a las cápsulas secas, no era completamente efectivo para producir las cápsulas de poliurea de la presente invención en una forma de flujo libre que no era propensa a provocar apelmazamiento.

Sorprendentemente, sin embargo, el solicitante encontró que, si el coadyuvante de flujo se agregaba a la suspensión antes de la etapa de secado por pulverización, las cápsulas de poliurea resultantes producían polvos finos y de flujo libre que no se aglomeraban ni mostraban signos de aglomeración.

30 Más particularmente, el solicitante encontró que se formaron polvos particularmente buenos que fluían libremente, eran resistentes al apelmazamiento y tenían bajos valores de humedad residual y aceite superficial, cuando el coadyuvante de flujo agregado a la suspensión era una forma de sílice que tenía un tamaño promedio de partícula en volumen que era del tamaño de micrómetros, y más particularmente de 1 a 8 micrómetros, aún más particularmente de 1 a 7, más particularmente de 1 a 6, y aún más particularmente de 1 a 5 micrómetros.

35 Aún más, el solicitante encontró que el empleo de dicha sílice que tiene una densidad aparente de 0,080 a 0,480 g/cm³ (5 a 30 libras/pie³) resultó en polvos particularmente buenos que fluían libremente, eran resistentes al apelmazamiento y tenían bajos valores de humedad residual y aceite superficial.

Las sílices grado Syloid FP fueron coadyuvantes de flujo particularmente preferidos, por ejemplo, Syloid FP 244, Syloid FP 72 o Syloid FP 63.

40 Por consiguiente, la invención proporciona en otro de sus aspectos un método para preparar una composición de perfume encapsulado como se define en este documento, en forma de polvo, que comprende la etapa de secado por pulverización de una suspensión que comprende una pluralidad de cápsulas de poliurea como se define en este documento, dispersas en un medio acuoso que comprende un coadyuvante de flujo tipo sílice como se definió en este documento anteriormente.

45 En otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de perfume encapsulado como se define en este documento, en forma de un polvo que comprende un coadyuvante de flujo como se describió anteriormente, teniendo dicho polvo un contenido de humedad residual de 0,1 a 8% en peso, más particularmente 0,5 hasta 5% en peso, y aún más particularmente 1 a 3% en peso, basado en el peso de la suspensión.

50 En otro aspecto más de la presente invención, se proporciona una composición de perfume encapsulado como se define en este documento, en forma de un polvo que comprende un coadyuvante de flujo como se describió anteriormente, teniendo dicho polvo un contenido de aceite superficial (aceite perdido del núcleo) de menos que 5%, más particularmente menos que 4%, y aún más particularmente menos que 0,5% basado en el peso del polvo.

La humedad residual se puede medir utilizando el método de Karl Fisher, mientras que la cantidad de aceite superficial se puede medir extrayendo el polvo con un disolvente del aceite y analizando con GC MS.

5 La presente invención también se refiere a la incorporación de una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente en todo tipo de productos para el cuidado personal y para el hogar. Las categorías particulares de productos incluyen productos para el cuidado personal, y en particular aquellos productos adaptados para aplicarse y dejarse sobre la piel o el cabello de un sujeto. La presente invención también se refiere a un producto para el cuidado personal o doméstico que contiene una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente.

La composición de perfume encapsulado de acuerdo con la presente invención se puede incorporar a dichos productos como una suspensión o un polvo.

10 El nivel de incorporación de una composición de perfume encapsulado en productos de consumo variará dependiendo del producto a perfumar y el efecto que se necesita lograr. Típicamente, las cápsulas pueden formar entre el 0,01 y el 50% en peso de un producto de consumo que las contenga, lo más preferiblemente 0,1% a 2% en peso de un producto de consumo que las contenga.

15 La composición de perfume encapsulado de la presente invención puede ser la única fuente de material de perfume incorporado en dichos productos. Sin embargo, también se puede incorporar perfume adicional a dichos productos en forma de perfume libre (sin encapsular), o se pueden emplear otros tipos de composiciones de perfumes encapsulados con la composición de perfume encapsulado de la presente invención. Otros tipos de composiciones de perfumes encapsulados pueden incluir cualquier cápsula que se sepa que contiene perfume, tal como cápsulas de gelatina, cápsulas de almidón, cápsulas acrílicas, cápsulas de aminoplasto y similares. Los otros tipos de cápsulas pueden liberar su perfume por difusión o por cualquier estímulo físico externo, como calor, humedad, luz o abrasión.

20 En otro aspecto más de la invención, se proporciona un método para conferir, potenciar, mejorar o modificar las propiedades olfativas de un producto para el cuidado personal o doméstico, y en particular un producto sin enjuague, cuyo método comprende incorporar a dicho producto una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente.

25 La provisión de productos desodorantes y antitranspirantes, que contienen una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente, que libera perfume de manera fiable cuando se somete a fuerzas de cizallamiento, tales como la fuerza de fricción de la piel contra la piel de un ser humano o animal o la piel contra una superficie inanimada tal como un material textil, y lo hace durante un período de tiempo de hasta 6 horas, y más preferiblemente de hasta 10 horas, satisface una necesidad insatisfecha.

30 Por consiguiente, en otro aspecto de la invención, se proporciona el uso de una composición de perfume encapsulado como se describe en el presente documento, para perfumar un producto de consumo, en particular un producto para el cuidado personal o del hogar. Las composiciones de la presente invención son particularmente adecuadas para su uso en aplicaciones sin enjuague, tales como cremas y lociones cosméticas, o formulaciones desodorantes y formulaciones antitranspirantes.

35 En una realización de la presente invención, se proporciona un producto para el cuidado personal para perfumar la piel o el cabello de seres humanos o animales que comprende una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente.

En una realización de la presente invención, se proporciona un producto para el cuidado personal para perfumar la piel o el cabello de seres humanos o animales que comprende una composición de perfume encapsulado como se definió anteriormente, que es un producto para enjuagar o sin enjuague.

40 En una realización de la invención, el producto sin enjuague puede ser un desodorante, por ejemplo, un desodorante debajo del brazo tal como un desodorante con bola móvil o en barra o una pulverización antitranspirante en aerosol, o una loción para el cuerpo, o pulverización para el cuerpo, o crema, o una crema para el cabello como una crema para peinar o talco en polvo.

En una realización de la presente invención, el producto para enjuagar puede ser un gel de ducha, jabón sólido o líquido, un champú o un acondicionador.

45 Además, la composición de perfume encapsulado de la presente invención se puede usar en todos los campos de la perfumería moderna para impartir o modificar positivamente el olor de un producto al que se añaden dichas composiciones. La naturaleza y el tipo de los componentes de un producto perfumado no justifican una descripción más detallada en este documento, que en cualquier caso no sería exhaustiva, ya que la persona experta será capaz de seleccionarlos en función de su conocimiento general y de acuerdo con la naturaleza y el efecto deseado de dicho producto.

50 Los ejemplos de productos adecuados incluyen jabones perfumados, sales de baño o ducha, espumas, aceites o geles, productos de higiene o productos para el cuidado del cabello como champús, productos para el cuidado del cuerpo, desodorantes y antitranspirantes.

55 En un aspecto particular de la presente invención, las composiciones de perfumes encapsulados se incorporan en un antitranspirante y/o desodorante de bola móvil, en barra o aerosol para productos para el cuidado personal. Los

productos de cuidado personal antitranspirantes y/o desodorantes contienen una cantidad efectiva de las cápsulas. Además de comprender las cápsulas según la invención, el aspecto antitranspirante y/o desodorante de la invención puede comprender al menos un principio activo desodorante y/o al menos una sal o complejo antitranspirante.

5 En el sentido de la presente invención, se entiende por "principio activo desodorante" cualquier sustancia capaz de enmascarar, absorber, mejorar o reducir el olor desagradable resultante de la descomposición del sudor humano por las bacterias.

10 Más específicamente, los principios activos desodorantes pueden ser agentes bacteriostáticos o agentes bactericidas, tales como 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenil éter ((R)-Triclosan), 2,4-dicloro-2'-hidroxidifenil éter, 3',4',5'-triclorosalicilanilida, 1-(3',4'-dicloro-fenil)-3-(4'-clorofenil) urea ((R)-Triclocarban) o 3,7,11-trimetildodeca-2,5,10-trienol ((R)-Farnesol); sales de amonio cuaternario, tales como sales de cetiltrimetilamonio o sales de cetilpiridinio, DPTA (ácido 1,3-diaminopropanotetraacético) o 1,2-decanodiol (Simclariol de Symrise).

15 También se pueden mencionar, entre los principios activos desodorantes de las sales de zinc, tales como salicilato de zinc, gluconato de zinc, pidolato de zinc, sulfato de zinc, cloruro de zinc, lactato de zinc o fenoisulfonato de zinc; clorhexidina y sus sales; bicarbonato de sodio; ácido salicílico y sus derivados, tales como ácido 5-(n-octanoil)salicílico; derivados de glicerol, tales como, por ejemplo, glicéridos caprílicos/cápricos (Capmul MCM de Abitec), caprilato o caprato de glicerol (Dermosoft GMCY y Dermosoft GMC respectivamente de Straetmans) o caprato de poligliceril-2 (Dermosoft DGMC de Straetmans); derivados de biguanida, tales como sales de polihexametileno-biguanida; plata, zeolitas o zeolitas sin plata.

20 Para mejorar la eficacia antitranspirante de la composición, se puede hacer adicionalmente uso de uno o más polímeros aniónicos solubles en agua que comprenden un ácido de Bronsted, en particular los derivados del ácido maleico y/o anhídrido maleico que se describen en la Solicitud de Patente WO 02/49590 A2.

25 Además, "sal o complejo antitranspirante", como se describe en este documento, se refiere a cualquier sal o complejo que, por sí solo, tiene el efecto de reducir o limitar el flujo de sudor y/o absorber el sudor humano. Se pueden encontrar ejemplos de tales sales o complejos antitranspirantes en la monografía final de OTC sobre principios activos antitranspirantes y en los documentos US 2010/0196484 A1, US 2005/0031565 A1, US 2005/0238598 A1 y US 2011/0212144 A1.

30 Las sales o complejos antitranspirantes generalmente se eligen entre sales o complejos de aluminio y/o circonio. Se eligen típicamente de hidrohaluros de aluminio; hidrohaluros de aluminio y circonio, o complejos de hidroxiclورو de circonio y de hidroxiclورو de aluminio, con o sin un aminoácido, tales como los descritos en el documento U.S. 3.792.068.

35 En particular, se pueden mencionar, entre las sales de aluminio, el hidrocloreuro de aluminio en forma activada o no activada, clorohidrex de aluminio, el complejo de clorohidrex de aluminio y polietilenglicol, el complejo de clorohidrex de aluminio y propilenglicol, dihidrocloreuro de aluminio, el complejo de diclorohidrex de aluminio y polietilenglicol, el complejo de diclorohidrex de aluminio y propilenglicol, sesquihidrocloreuro de aluminio, el complejo de sesquiclorohidrex de aluminio y polietilenglicol, el complejo de sesquiclorohidrex de aluminio y propilenglicol o sulfato de aluminio tamponado con lactato de sodio y aluminio.

En particular, se pueden mencionar, entre las sales de aluminio y circonio, octahidrocloreuro de aluminio y circonio, pentahidrocloreuro de aluminio y circonio, tetrahidrocloreuro de aluminio y circonio o triclorohidrato de aluminio y circonio.

40 Los complejos de hidroxiclورو de circonio y de hidroxiclورو de aluminio con un aminoácido generalmente se conocen con el nombre de ZAG (cuando el aminoácido es glicina). Se pueden mencionar, entre estos productos, los complejos de octaclorohidrex de aluminio y circonio con glicina, pentaclorohidrex de aluminio y circonio con glicina, tetratorohidrex de aluminio y circonio con glicina y triclorohidrex de aluminio y circonio con glicina.

45 Con el fin de ilustrar adicionalmente la presente invención y las ventajas de la misma, se proporcionan los siguientes ejemplos específicos y ejemplos comparativos, entendiéndose que los mismos solo pretenden ser ilustrativos y de ningún modo limitativos.

Ejemplo 1

Se prepararon microcápsulas como sigue:

50 Se preparó una premezcla (I) que comprendía 25 g de polivinilpirrolidona K60 y 650 g de agua y el pH se ajustó a 10,0 usando una solución de hidróxido de sodio. Se preparó una premezcla (II) que comprendía 300 g de perfume a encapsular, 20 g de Desmodur® W y 5 g de Bayhydur® XP 2547.

Las dos premezclas se combinaron y se emulsionaron a temperatura ambiente mediante un dispositivo de agitación. El procedimiento de emulsificación se llevó a cabo hasta el tamaño de gota deseado. El pH de la emulsión se ajustó entonces a 8 usando una solución acuosa de hidróxido de sodio. Luego se agregaron 10 g de solución Lupasol® PR8515 en una etapa.

La mezcla de reacción se calentó hasta que comenzó la iniciación.

La mezcla se enfrió luego a temperatura ambiente.

5 Se obtuvo una composición de perfume encapsulado. La distribución de tamaño promedio de cápsula en volumen, obtenida con mediciones de dispersión de luz usando un instrumento Malvern 2000S, fue D50 = 20 micrómetros y D90 = 50 micrómetros con un peso de la cubierta del 6% del peso total de la composición en suspensión. El contenido de sólidos de la suspensión fue del 40% en peso.

Ejemplo 2

10 Se prepararon composiciones de perfumes encapsulados de acuerdo con la metodología establecida en el Ejemplo 1. Las composiciones contenían un 25% en peso de suspensión de composiciones de perfume que tenían los ingredientes especificados en las Tablas 1 a 5, a continuación. El procedimiento de encapsulación se describió en el Ejemplo 1 anterior. Se muestran las cantidades de aldehídos, ingredientes fragantes cíclicos no aromáticos y salicilatos de alquilo contenidos en los perfumes (partes en peso del perfume). El resto del perfume hasta 100% se forma a partir de otros ingredientes de perfumes comúnmente utilizados en perfumería.

15 Las composiciones de los perfumes utilizados en el ejemplo se enumeran en las Tablas 1 a 5. Bajo "familia de iononas" se entiende iononas, ironas, isoraldeínas, damasconas, damascenona, galbanona y similares.

Tabla 1: Composición de perfume 1

	Otros ingredientes	Ingredientes cíclicos no aromáticos	Salicilatos de alquilo	Aldehídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	3			
ÉSTERES NO CÍCLICOS NO AROMÁTICOS	7			
CARBONATOS DE ALQUILO	1,5			
DIMETIL BENCIL CARBINIL ACETATO	2			
AGRUMEX		5		
PARA-ANISALDEHÍDO				0,3
ALCOHOLES TERPÉNICOS	22			
TERPINEOL		2		
ACETATO DE TERPENILO		2		
CITRONELIL NITRILO	1			
FAMILIA IONONA		10,7		
EUCALIPTOL		0,8		
FLOROSA		5		
GARDOCICLENO		1		
INDOFLOR	0,3			
ISO E SUPER		10		
FAMILIA JASMONA		1		
MAYOL		2		
ALCOHOL AROMÁTICO	5			
MENTONA		0,3		
LACTONAS		0,5		

ES 2 794 652 T3

SALICILATO DE HEXILO			10	
RADJANOL	2			
ÉTERES AROMÁTICOS	0,3			
ÓXIDO ROSA		0,3		
ALMIZCLES MACROCÍCLICOS		5		
TOTAL	44,1	45,6	10	0,3

Tabla 2: Composición de perfume 2

	Otros ingredientes	Ingredientes cíclicos no aromáticos	Salicilatos de alquilo	Aldehídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	3			
ÉSTERES NO CÍCLICOS NO AROMÁTICOS	8			
CARBONATOS DE ALQUILO	3			
ACETATO DE BORNILLO		3		
ALDEHIDO C 12 MNA				1
FLORALOZONA				1
ALCOHOLES TERPÉNICOS	37			
CETALES	5			
LIMONILO	0			
FAMILIA IONONA		3		
ALCANFOR		2		
FENOLES	0			
JASMACICLENO		2		
ISO E SUPER		10		
ALCOHOL AROMÁTICO	4			
CIS-3-HEXENILO				
SALICILATO			3	
SALICILATO DE HEXILO			10	
ÉTERES AROMÁTICOS	0			
ALMIZCLES MACROCÍCLICOS		5		
TOTAL	59	26	13	2

Tabla 3: Composición de perfume 3

	Otros ingredientes	Ingredientes cíclicos no aromáticos	Salicilatos de alquilo	Aldehídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	8			
ÉSTERES NO CÍCLICOS NO AROMÁTICOS	15			
CARBONATOS DE ALQUILO	2			
PARA-TERC-BUTIL CICLOHEXIL ACETATO		5		
AGRUMEX		8		
ALCOHOLES TERPÉNICOS	11			

ES 2 794 652 T3

FLORHIDRAL				2
HELIOTROPINA				1
FAMILIA IONONA		8		
FLOROCICLENO Y HERBANATO		6		
INDOFLOL ISO E SUPER		4		
FAMILIA JASMONA		2		
ALCOHOL AROMÁTICO	1			
LACTONAS		5		
ALMIZCLES MACROCÍCLICOS		5		
FENOLES	0,2			
HEDIONA		16		
NECTARILO		2		
TOTAL	38	60	0	2

Tabla 4: Composición del perfume 4

	Otros ingredientes	Ingredientes cíclicos no aromáticos	Salicilatos de alquilo	Aldehídos
ÉSTERES NO CÍCLICOS NO AROMÁTICOS	16,0			
PROPIONATO DE ALIL CICLOHEXILO		2,0		
AGRUMEX		35,4		
ALCOHOLES	3,0			
LILIAL				5,0
FAMILIA IONONA		1,1		
JASMACICLENO		20,0		
LACTONAS		10,0		
SALICILATO DE CIS-3-HEXENILO			2,0	
NECTARILO		5,0		
TOTAL	19,0	73,5	2,0	5,0

Tabla 5: Composición del perfume 5

	Otros ingredientes	Ingredientes cíclicos no aromáticos,	Salicilatos de alquilo	Aldehídos	Acetales (1)
ÉSTERES AROMÁTICOS	3,4				
ÉSTERES NO CÍCLICOS NO AROMÁTICOS	6,0				
CARBONATOS DE ALQUILO	4,8				
ACETATO DE DIMETIL CARBINILO			6,0		
ALDEHÍDO C 12 MNA				0,7	
FLORALOZONA				1,4	
ALCOHOLES TERPÉNICOS	43,4				
METIL PAMPLEMUSA					12,0
CITRONELIL NITRILO	2,4				
LIMONILO	0,2				

ACETATO DE BORNILLO		2,4			
INDOFLOR ISO E SUPER		12,0			
ALCANFOR		1,7			
SYLKOLIDE	1,0				
ÉTERES AROMÁTICOS	0,4				
ALMIZCLES MACROCÍCLICOS	0,5				
COMPONENTES MENORES	1,4				
TOTAL	63,6	16,1	6,0	2,2	12,0

(1) Acetales 2,2,2-sustituídos

Tabla 6: Rendimiento de encapsulación de las composiciones de perfume.

	Aldehídos	Ingredientes cíclicos no aromáticos	Salicilatos	Acetales 2,2,2-sustituídos	Encapsulación
Perfume 1	0,3	45,6	10		SI
Perfume 2	2,0	26,0	13,0		SI
Perfume 3	2,0	60,0	0		SI
Perfume 4	5,5	73,5	2,0		SI
Perfume 5	2,2	16,1	6,0	12,0	SI

5 Ejemplo 3

Se llevó a cabo una prueba sensorial para comparar la intensidad a lo largo del tiempo de dos muestras de composición de perfume encapsulado, formadas de acuerdo con el método del Ejemplo 1, que contenían el mismo perfume, pero de dos tamaños diferentes con D50 de 10 y 30 micrómetros, en una base desodorante de bola movable. Los desodorantes de bola movable fueron probados en la piel por un panel sensorial entrenado. Los productos se evaluaron cuando se estaban recién aplicados y luego 2 horas, 6 horas y 10 horas después de la aplicación. Después de 10 horas, los productos también se evaluaron después de frotar y directamente de la piel.

La intensidad percibida global fue evaluada por el panel sensorial entrenado utilizando una escala de 0-100.

Los panelistas recibieron instrucciones de oler su axila inmediatamente después de la aplicación de la muestra y luego después de 2 horas, 6 horas, 10 horas y 10 horas después de frotar la camiseta. 10 horas después de la aplicación y después de frotar, también se evaluaron las axilas directamente desde la piel.

Para la evaluación del frotamiento, los panelistas recibieron instrucciones de que movieran su brazo izquierdo hacia adelante y su brazo derecho hacia atrás simultáneamente, mientras se aseguraban de que la parte superior del brazo rozara el costado de su cuerpo y la parte inferior de sus brazos estuviera horizontalmente delante de ellos. Se les pidió que hicieran este movimiento cuatro veces en total.

La asignación de qué muestra se aplicó a qué brazo (izquierdo o derecho) se realizó de acuerdo con una aleatorización predeterminada y siempre se pidió a los panelistas que evaluaran primero su axila izquierda. Cada muestra fue evaluada una vez por 21 panelistas.

Los datos se analizaron mediante una prueba T de Student. El nivel de confianza fue del 95%.

Tabla 7

Diámetro de la cápsula	Peso de la cubierta (1) (%)	Tiempo 0 Inicial	Tiempo 2 horas	Tiempo 6 horas	Tiempo 10 horas	Tiempo 10 horas después de frotar
D50 = 10 micrómetros	15	28	22	19	13	18
D50 = 30 micrómetros	15	38	30	23	13	20
D50 = 30 micrómetros	19	37	27	23	14	20
D50 = 30 micrómetros	23	28	23	20	13	18

(1) Porcentaje en peso basado en el peso de la cápsula (material encapsulado + material de cubierta)

Los resultados muestran un beneficio significativo de las cápsulas que tienen una relación de peso a diámetro de cubierta de menos que 0,7.

Ejemplo 4

- 5 Se formuló una serie de suspensiones que contenían cápsulas de poliurea como se describe en la Tabla 8 y se midió el grado de separación de fases después de 1 semana a 50°C. Como se desprende de los resultados, no se observa separación de fases cuando se usa hidroxietilcelulosa (Natrosol 250HX) al 0,4% en peso, y la suspensión permanece vertible. Todos los otras coadyuvantes de dispersión no logran estabilizar la suspensión durante el período de prueba.

- 10 La separación de fases se midió mediante evaluación a simple vista y se expresó como la relación entre la altura de la fase acuosa y la altura total de la suspensión.

Tabla 8

	1 %	2 %	3 %	4 %	5 %	6 %	Natrosol 250 HX (% en peso)	Separación de fases %	Viscosidad (cps)
Suspensión A						1,5	0	40	
Suspensión B							0,4	0	2400
Suspensión C	3						0	10	
Suspensión D		3,5					0	10	
Suspensión E			1,5				0	15	
Suspensión F				0,5			0	30	
Suspensión G					2		0	40	

1 = Nacional 465; 2 = Almidón B990; 3 = Tinovis CD; 4 = Ultragel 300; 5 = Rheocare TTA; 6 = Purity W

Ejemplo 5

- 15 Se formaron como una suspensión 90 g de una composición de perfume encapsulado formada de acuerdo con el procedimiento del ejemplo 1. A esta suspensión se le añadieron 9 g de Capsul E (@ 23% en agua) y 1 g de sílice (Syloid FP 244). La suspensión se agitó 30 min a 250 rpm y se secó por pulverización en un secador por pulverización (planta de laboratorio) usando un atomizador. La temperatura de entrada fue de 180°C y la temperatura de salida fue de 90°C. Se obtuvo un polvo que fluía libremente con un D50 de 30 micrómetros y una carga de fragancia del 65%. El valor constante de agua residual fue 4% en peso y el del aceite superficial fue 0,8% en peso.

20

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Una composición de perfume encapsulado en forma de una suspensión que comprende una o más cápsulas núcleo-cubierta, dispersas en un medio dispersante acuoso, en la que el núcleo contiene un perfume y la cubierta contiene una resina de poliurea, y en donde las cápsulas están en forma de una suspensión estable que tiene una viscosidad de hasta 3000 mPa·s, y más particularmente 150 a 3000 mPa·s cuando se mide en un reómetro, utilizando discos rotativos a una velocidad de cizalla de 21 s^{-1} a una temperatura de 25°C , y en donde el medio de dispersión acuoso contiene un coadyuvante de dispersión tipo hidroxietilcelulosa.
- 2.** Una composición de perfume encapsulado según la reivindicación 1, en la que la hidroxietilcelulosa está presente en cantidades de 0,05 a 1,0% basadas en el peso total de la suspensión.
- 10 **3.** Una composición de perfume encapsulado según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que la hidroxietilcelulosa es una hidroxietilcelulosa Natrosol™.
- 4.** Una composición de perfume encapsulado según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que las cápsulas de poliurea tienen un diámetro medio en volumen de 20 a 250 micrómetros.
- 15 **5.** Una composición de perfume encapsulado según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el peso de las cubiertas de las cápsulas es del 5% al 40% basado en el peso total de las cápsulas.
- 6.** Una composición de perfume encapsulado según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el perfume encapsulado comprende al menos 60% en peso de ingredientes de perfumes que tienen una solubilidad en agua de 15.000 ppm o menos.
- 20 **7.** Una composición de perfume encapsulado según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las cápsulas no contienen ningún disolvente encapsulado.
- 8.** Un producto de consumo, que comprende una composición de perfume encapsulado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
- 9.** Un producto de consumo según la reivindicación 8, que es un producto para el cuidado personal sin enjuague.
- 10.** Un producto sin enjuague según la reivindicación 8 o 9, en forma de un producto desodorante.
- 25 **11.** Un producto sin enjuague según la reivindicación 8 o 9, en forma de un antitranspirante.