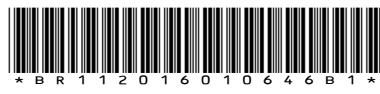




República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112016010646-6 B1**



**(22) Data do Depósito: 11/11/2014**

**(45) Data de Concessão: 28/12/2021**

**(54) Título:** SISTEMA DE DISPENSAÇÃO DE CÁPSULA, E, PRODUTO DE CONSUMO

**(51) Int.Cl.:** C11D 3/50.

**(30) Prioridade Unionista:** 11/11/2013 US 61/902,347.

**(73) Titular(es):** INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES INC..

**(72) Inventor(es):** HENRICUS GERARDUS MARIA REIJMER; STEPHANUS CORNELIS MARIA OTTE; VOLKERT WILLEM ALEXANDER DE VILLENEUVE; ELIZABETH GEERTRUIDA MARIA BRUNDEL.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2014065043 de 11/11/2014

**(87) Publicação PCT:** WO 2015/070228 de 14/05/2015

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 11/05/2016

**(57) Resumo:** SISTEMA DE DISPENSAÇÃO DE CÁPSULA, E, PRODUTO DE CONSUMO. Um sistema de dispensação de cápsula. O sistema tem uma primeira cápsula contendo uma primeira parede da cápsula encapsulando um primeiro material ativo e uma segunda cápsula contendo uma segunda parede da cápsula encapsulando um segundo material ativo. As primeira e segunda cápsulas diferem nos seus materiais de parede, quantidades de materiais de parede, proporções de materiais de parede, modificadores do núcleo, removedores, materiais ativos, temperaturas de cura, taxas de aquecimento, tempos de cura ou uma combinação dos mesmos. Também é fornecido um produto de consumo contendo este sistema de dispensação de cápsula.

## “SISTEMA DE DISPENSAÇÃO DE CÁPSULA, E, PRODUTO DE CONSUMO”

### REFERÊNCIA CRUZADA A PEDIDOS RELACIONADOS

[0001] O presente pedido de patente reivindica a prioridade do pedido de patente US Nº de série 61/902.347 depositado em novembro de 2013, o conteúdo do qual é aqui incorporado por referência em sua totalidade.

### FUNDAMENTOS DA TÉCNICA

[0002] Materiais de fragrância são utilizados em numerosos produtos para aumentar o prazer de um produto do consumidor. Materiais de fragrância são adicionados aos produtos de consumo, tais como detergentes para a roupa, amaciadores de tecido, sabões, detergentes, produtos de cuidado pessoal, tais como xampus, sabonetes líquidos, desodorantes e similares, bem como numerosos outros produtos.

[0003] Para melhorar a eficácia dos materiais de fragrância para o usuário, várias tecnologias têm sido empregadas para aumentar a liberação dos materiais de fragrância no momento desejado. Uma tecnologia amplamente utilizada é a encapsulação do material de fragrância em um revestimento protetor. Frequentemente, o revestimento protetor é um material polimérico. O material polimérico é utilizado para proteger o material de fragrância de evaporação, reação, oxidação ou de outro modo dissipando antes da utilização. Por exemplo, US 4.081.384 descreve um amaciante ou núcleo de anti-stat revestido por um policondensado adequado para uso em um condicionador. US 5.112.688 descreve materiais de fragrância selecionados tendo a volatilidade adequada a ser revestido por meio de coacervação com micropartículas em uma parede que pode ser ativada para utilização no condicionamento de tecidos. US 5.145.842 descreve um núcleo sólido de um álcool graxo, éster ou outro sólido, mais uma fragrância revestida por um invólucro de aminoplasto. US 6.248.703 descreve vários agentes, incluindo fragrância em um invólucro de aminoplasto que está incluído em uma barra de sabão extrudada.

[004] É normalmente não desejado que os materiais encapsulados sejam liberados a partir do invólucro prematuramente. Muitas vezes, o invólucro da cápsula é um pouco permeável aos conteúdos do núcleo quando armazenados sob determinadas condições. Este é particularmente o caso quando diversos tipos de cápsulas, tais como as que têm paredes de gelatina de aminoplasto ou de ligação cruzada, são armazenadas em bases aquosas, particularmente aquelas que contêm agentes tensoativos. Nestes casos, embora o invólucro da cápsula é intacto, o material ativo se difunde a partir do núcleo ao longo do tempo em um processo de lixiviação. O mecanismo geral de lixiviação pode ser visto como um processo de difusão, com a transferência que ocorre a partir do núcleo da cápsula para o meio aquoso, seguido por transferência para ou solubilização nas micelas do tensoativo ou vesículas. Com concentrações de tensoativo normais de entre 1 e 50% em produtos de consumo, comparado com os níveis de material ativo de 0,3 a 1%, é evidente que o particionamento favorece a absorção pelo tensoativo ao longo do tempo.

[005] Há também uma necessidade na técnica proporcionar um produto de microcápsula com desempenho custo-em-uso melhorado, de modo que as companhias de produtos de consumo podem usar menos produto de microcápsula para obter igual ou melhor desempenho/benefício.

#### SUMARIO DA INVENÇÃO

[006] Um aspecto da presente invenção relacionado com um sistema de liberação de cápsulas composto por uma primeira cápsula contendo uma primeira parede de cápsula encapsulando um primeiro material ativo e uma segunda cápsula contendo uma segunda parede da cápsula encapsulando um segundo material ativo (por exemplo, em uma proporção de cerca de 1:9 a cerca de 9:1). As primeira e segunda cápsulas diferem nos seus materiais de parede, quantidades de materiais de parede, proporções de materiais de parede, modificadores do núcleo, removedores, materiais ativos, temperaturas

de cura, taxas de aquecimento, tempos de cura, ou uma combinação dos mesmos.

[007] O primeiro e segundo materiais ativos podem ser o mesmo ou diferente. Em algumas formas de realização, o primeiro ou segundo material ativo é uma fragrância. Em certas formas de realização, o primeiro ou segundo material ativo contém um neutralizador de mau cheiro, por exemplo, butirato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, acetato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, 1-ciclohexiletan-1-ol, propionato de 1-(4'-metiletil)ciclo-hexiletan-1-ila, acetato de 2'-hidroxi-1'-etyl (2-fenoxy), e uma combinação dos mesmos.

[008] A primeira e segunda paredes da cápsula podem ser formadas de melamina-formaldeído. Em algumas formas de realização, a primeira cápsula é curada a ou acima de cerca de 120°C durante cerca de 0,5 a cerca de 5 horas e a segunda cápsula é curada a cerca de 70 a cerca de 100°C durante cerca de 0,5 a cerca de 5 horas. Em outras formas de realização, a primeira cápsula contém uma primeira fragrância como o primeiro material ativo, em que a primeira fragrância tem uma pluralidade de ingredientes de perfumaria e cerca de 50 a 100% do peso dos ingredientes têm uma pressão de vapor saturado a 23°C de cerca de 0,01 mm Hg ou superior, e a segunda cápsula contém uma segunda fragrância como o segundo material ativo, em que a segunda fragrância tem uma pluralidade de ingredientes de perfumaria e cerca de 20 a 100% em peso do ingrediente tem uma pressão de vapor saturado a 23°C de cerca de 0,01 mm Hg ou superior. A primeira cápsula pode ser curada a ou acima de cerca de 100°C durante cerca de 0,5 a cerca de 2 horas e a segunda cápsula pode ser curada a uma temperatura inferior a cerca de 100°C durante cerca de 0,5 a cerca de 2 horas. Em alternativa, a primeira cápsula é curada a uma temperatura de cerca de 70 a cerca de 130°C durante cerca de 2 a cerca de 4 horas e a segunda cápsula é curada a uma temperatura de cerca de 70 a cerca de 130°C durante cerca de 0,5 a cerca de 1,5 horas.

[009] As primeira e segunda paredes da cápsula podem ser

diferentes. Em algumas formas de realização, a primeira parede da cápsula é formada de melamina-formaldeído, e a segunda parede da cápsula é formada de poliureia ou poliuretano. Tipicamente, a primeira parede da cápsula é curada a ou acima de cerca de 70°C (por exemplo, cerca de 70 a cerca de 130°C) durante cerca de 0,5 a cerca de 5 horas (por exemplo, cerca de 0,5 a cerca de 3,5 horas) e a segunda cápsula é curada a ou acima de cerca de 50°C (por exemplo, cerca de 50 a cerca de 110°C durante cerca de 0,5 a cerca de 2 horas.

[0010] Em ainda outras formas de realização, as primeira e segunda cápsulas são estáveis quando adicionadas a uma base de produtos de consumo (por exemplo, um condicionador de tecido, detergente, spray de tecido, produtos de lavagem pessoal, produtos de cuidado doméstico, sabonete líquido, shampoo, condicionador sem enxágue, ou condicionado com enxágue) por mais de quatro semanas ou mais de oito semanas, quando armazenado a 37°C e têm perfis de liberação que não mudam substancialmente após 4 semanas ou 8 semanas de armazenamento.

[0011] Qualquer um dos sistemas de liberação de cápsula descritos acima pode ainda conter uma partícula de amido com um material ativo pré-carregado nele. Estes sistemas podem também conter uma ou mais cápsulas adicionais, por exemplo, uma terceira, uma quarta, uma quinta, uma sexta, e uma sétima cápsulas.

[0012] Outro aspecto da presente invenção refere-se a uma base de produto de consumidor contendo qualquer um dos sistemas de liberação de cápsula descritos acima. Produtos de consumo exemplares incluem condicionadores de tecidos, detergentes, sprays de tecido, produtos de lavagem pessoal, produtos de cuidado doméstico, sabonetes líquidos, xampus, condicionadores sem enxágue e condicionadores com enxágue. Quando o produto de consumo é um condicionador de tecido ou detergente, o condicionador de tecido contém cerca de 1 a cerca de 30% em peso (por

exemplo, 5 a cerca de 10% em peso, cerca de 8 a cerca de 15% em peso, e cerca de 10 a cerca de 20% em peso) de um condicionante de tecido ativo, e o detergente contém cerca de 1 a 75% em peso (por exemplo, cerca de 5 a cerca de 50% em peso e cerca de 15 a cerca de 30% em peso).

### DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0013] As cápsulas são convencionalmente curadas a temperaturas na faixa de cerca de 50 a cerca de 85°C. Devido à natureza dos polímeros utilizados para encapsular os materiais ativos e a natureza volátil dos componentes de fragrância, que seriam comprometidos sob temperaturas aumentadas de cura, não seria de esperar que o aumento da temperatura de cura irá proporcionar cápsulas com as capacidades de retenção melhoradas. No entanto, uma rede de reticulações de polímeros contendo materiais ativos curados a temperaturas elevadas e por períodos de tempo superiores à uma hora pode fornecer um produto de microcápsula capaz de reter uma faixa muito mais ampla de materiais ativos durante o armazenamento em bases de produtos de consumo que contêm agentes tensoativos, álcoois, silicones voláteis e misturas dos mesmos do que era possível anteriormente. Por exemplo, a retenção melhorada pode ser conseguida com materiais com valores clogP inferiores. Ver US 2007/0138673. No entanto, foi agora verificado que as cápsulas curadas a temperaturas elevadas não têm um perfil total de liberação desejável, por exemplo, falta-lhes um perfil de liberação desejável, em cada uma das etapas úmidas, etapas de pré-esfregar e pós-esfregar de um condicionador de tecido modelo.

[0014] Portanto, a presente invenção apresenta um sistema de liberação de cápsula composta por uma combinação de microcápsulas que têm uma ou mais características diferentes, os quais resultam em perfis de liberação desejável e/ou a estabilidade. Em particular, o sistema da presente invenção inclui uma combinação de dois ou mais tipos de microcápsulas que diferem nos seus materiais de parede, quantidades de materiais de parede,

proporções de materiais de parede, modificadores do núcleo, removedores, materiais ativos, temperaturas de cura, taxas de aquecimento durante a cura, tempos de cura ou uma combinação dos mesmos. Em algumas formas de realização, o sistema é composto por dois, três, quatro, cinco, seis, sete ou mais tipos diferentes de cápsulas que diferem por uma ou mais das características acima mencionadas. Em formas de realização particulares, o sistema é composto por dois tipos de microcápsulas, aqui descritas como uma primeira cápsula contendo uma primeira parede de cápsula encapsulando um primeiro material ativo e uma segunda cápsula contendo uma segunda parede da cápsula encapsulando um segundo material ativo.

[0015] Os termos "cápsulas", "microcápsulas", e "materiais encapsulados" são aqui utilizados indiferentemente.

[0016] De acordo com algumas formas de realização, os dois ou mais tipos diferentes de cápsulas do sistema tem diferentes características de parede, por exemplo, diferentes materiais de parede, as quantidades diferentes dos materiais de parede, e/ou em diferentes proporções de materiais de parede. A título de ilustração, uma primeira cápsula pode ser composta de melamina-formaldeído e uma segunda cápsula pode ser composta de ureia-formaldeído, para que as primeira e segunda cápsulas têm diferentes materiais de parede. Em um outro exemplo ilustrativo, uma primeira cápsula pode ser composta de 10% de co-poliacrilamida/acrilato e 6% de reticulação de melamina metilada e uma segunda cápsula pode ser composta por 5% de co-poliacrilamida/acrilato e 3% de reticulante de melamina metilada de modo que a primeira e segunda cápsulas têm quantidades diferentes de materiais de parede. Como ainda um outro exemplo ilustrativo, uma primeira cápsula pode ser composta por 5% de co-poliacrilamida/acrilato e 5% de reticulante de melamina metilada e uma segunda cápsula pode ser composta por 5% de co-poliacrilamida/acrilato e 3% de reticulante de melamina metilada de modo que a primeira e segunda cápsulas têm diferentes proporções de materiais de

parede.

[0017] A encapsulação de materiais ativos, tais como fragrâncias é conhecido na técnica, ver por exemplo as patentes US Nos. 2.800.457, 3.870.542, 3.516.941, 3.415.758, 3.041.288, 5.112.688, 6.329.057, 6.261.483, e 8.299.011. Outra discussão de encapsulamento de fragrância é encontrada na Enciclopédia Kirk-Othmer.

[0018] Os polímeros de encapsulação preferidos incluem aqueles formados a partir de condensados de melamina-formaldeído ou de ureia-formaldeído, ou co-poliacrilamida/acrilato com um agente de reticulação de melamina metilada, bem como quaisquer outros tipos similares de aminoplastos. Além disso, as microcápsulas feitas através da coacervação simples ou complexa de gelatina, também são preferidos para utilização com um revestimento. As microcápsulas que têm paredes de invólucro compostas de poliuretano, poliureia, poliamida, poliolefina, polissacarídeo, proteína, silicone, lipídeos, celulose modificada, gomas, poliacrilato, poliestireno, poliéster ou qualquer combinação dos mesmos também são funcionais.

[0019] Um processo representativo utilizado para encapsulação de aminoplasto é descrito na US 3.516.941, embora seja reconhecido que muitas variações no que diz respeito a materiais e etapas de processo são possíveis. Um processo representativo para o encapsulamento de gelatina utilizado está descrito no documento US 2.800.457, embora seja reconhecido que muitas variações no que diz respeito a materiais e etapas do processo são possíveis. Ambos os processos são discutidos no contexto da encapsulação de fragrância para utilização em produtos de consumo na US 4.145.184 e 5.112.688, respectivamente.

[0020] Formação de microcápsula usando pré-condensados de melamina-formaldeído ou de ureia-formaldeído em combinação com polímeros contendo unidades monoméricas de vinila substituídos tendo porções de grupo funcional doador de prótons (por exemplo, grupos ácido

sulfônico ou grupos anidrido de ácido carboxílico) a esta ligados é revelado na US 4.406.816 (grupos de ácido 2-acrilamido-2-metil-propano sulfônico), GB 2.062.570 A (grupos de ácido sulfônico de estireno) e GB 2.006.709 A (grupos de anidrido de ácido carboxílico).

[0021] O precursor de parede de invólucro de microcápsula de copolímero ou polímero de ácido acrílico tem uma pluralidade de porções de ácido carboxílico e é de preferência um ou uma mistura de um polímero de ácido acrílico; um polímero de ácido metacrílico; um copolímero de ácido metacrílico-ácido acrílico; um copolímero de ácido acrílico-acrilamida; um copolímero de ácido acrílico-metacrilamida; um copolímero de ácido metacrílico-acrilamida; um copolímero de ácido metacrílico-metacrilamida; um copolímero de acrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido acrílico; um copolímero de acrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido metacrílico; um copolímero de metacrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido acrílico; um copolímero de acrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido acrílico-acrilamida; um copolímero de acrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido metacrílico-acrilamida; um copolímero de metacrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido acrílico-acrilamida; um copolímero de metacrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido metacrílico-acrilamida; um copolímero de acrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido metacrílico-metacrilamida; um copolímero de metacrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido acrílico-metacrilamida; e um copolímero de metacrilato de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-ácido metacrílico-metacrilamida; e mais preferivelmente, um copolímero de ácido acrílico-acrilamida.

[0022] Quando copolímeros de ácido acrílico substituído ou não substituído são utilizados na prática da presente invenção, no caso de se utilizar um copolímero possuindo duas unidades monoméricas diferentes, por exemplo, unidades monoméricas de acrilamida e unidades monoméricas de ácido acrílico, a razão molar da primeira unidade monomérica para a segunda

unidade monomérica está na faixa de desde cerca de 1:9 a cerca de 9:1, de preferência desde cerca de 3:7 a cerca de 7:3. No caso de se utilizar um copolímero possuindo três unidades monoméricas diferentes, por exemplo, metacrilato de etila, ácido acrílico e acrilamida, a razão molar da primeira unidade monomérica para a segunda unidade monomérica para a terceira unidade monomérica está na faixa de cerca de 1:1:8 a cerca de 8:8:1, de preferência desde cerca de 3:3:7 a cerca de 7:7:3.

[0023] A faixa de peso molecular dos polímeros ou copolímeros de ácido acrílico substituído ou não substituído úteis na prática da presente invenção é de cerca de 5.000 a cerca de 1.000.000, preferivelmente desde cerca de 10.000 até cerca de 100.000. Os polímeros ou copolímeros de ácido acrílico substituído ou não substituído úteis na prática desta invenção podem ser ramificados, lineares, em forma de estrela, em forma dendrítica, ou pode ser um polímero ou copolímero em bloco, ou misturas de qualquer um dos polímeros ou copolímeros anteriormente mencionados.

[0024] Tais polímeros ou copolímeros de ácido acrílico substituído ou não substituído podem ser preparados de acordo com quaisquer processos conhecidos pelos peritos na técnica, por exemplo, US 6.545.084.

[0025] Precursors de parede do invólucro da microcápsula pré-condensada de ureia-formaldeído e melamina-formaldeído são preparados por meio de reação de ureia ou de melamina com formaldeído onde a razão molar de melamina ou ureia para formaldeído está na faixa de desde cerca de 10:1 a cerca de 1:6, de preferência desde cerca de 1:2 a cerca de 1:5. Para efeitos da prática da invenção, o material resultante tem um peso molecular na faixa de desde cerca de 150 a cerca de 3000. O material resultante pode ser usado "como está", como um agente de reticulação para o acima mencionado polímero ou copolímero de ácido acrílico substituído ou não substituído ou pode ser ainda feito reagir com um alkanol C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, por exemplo, metanol, etanol, 2-propanol, 3-propanol, 1-butanol, 1-pentanol, ou 1-hexanol,

formando assim um éter parcial onde a razão molar de melamina ou ureia: formaldeído:alcanol está compreendida na faixa de cerca de 1:(0,1-6):(0,1-6). O produto contendo a porção de éter resultante pode ser utilizado "como está", como um agente de reticulação para o acima mencionado polímero ou copolímero de ácido acrílico substituído ou não substituído ou pode ser auto-condensado para formar dímeros, trímeros e/ou tetrâmeros que também podem ser utilizados como agentes de reticulação para o acima mencionado polímero ou copolímero de ácido acrílico substituído ou não substituído. Os métodos para a formação de tais pré-condensados de melamina-formaldeído e de ureia-formaldeído são apresentados nas US 3.516.846, US 6.261.483, e Lee, et al. (2002) *J. Microencapsulation* 19: 559-569. Exemplos de pré-condensados de ureia-formaldeído úteis na prática da invenção são URAC 180 e URAC 186 (Cytec Technology Corp., Wilmington, DE). Exemplos de pré-condensados de melamina-formaldeído úteis na prática da presente invenção são CYMEL U-60, CYMEL U-64 e CYMEL U-65 (Cytec Technology Corp.). Na prática da presente invenção, é preferível utilizar como o pré-condensado para reticulação o polímero ou copolímero de ácido acrílico substituído ou não substituído.

[0026] Na prática da presente invenção, a faixa de razões molares de pré-condensado de ureia-formaldeído ou pré-condensado de melamina-formaldeído:polímero ou copolímero de ácido acrílico substituído ou não substituído está na faixa de desde cerca de 9:1 a cerca de 1:9, preferivelmente de cerca de 5:1 a cerca de 1:5 e mais preferivelmente desde cerca de 2:1 a cerca de 1:2.

[0027] Em uma outra forma de realização, as microcápsulas com polímero (s) composto por grupos reativos de amina primários e/ou secundários ou as suas misturas e agentes de reticulação podem ser utilizados, como descrito na US 2006/0248665. Os polímeros de amina podem possuir funcionalidades de amina primária e/ou secundária e podem ser de origem

natural ou sintética. Polímeros contendo amina de origem natural são tipicamente proteínas, tais como gelatina e albumina, bem como alguns polissacarídeos. Polímeros sintéticos de amina incluem vários graus de formamidas de polivinila hidrolisadas, polivinilaminas, polialil aminas e outros polímeros sintéticos com pendentes de aminas primárias e secundárias. Exemplos de polímeros de aminas adequadas são a série LUPAMIN de formamidas de polivinila (disponível a partir de BASF). Os pesos moleculares destes materiais podem variar de cerca de 10.000 a cerca de 1.000.000.

[0028] Os polímeros que contêm aminas primárias e/ou secundárias podem ser usados com qualquer um dos seguintes comonômeros em qualquer combinação (i) monômeros de vinila e acrílicos que possuem substituintes alquila, arila e silila; substituintes OH, COOH, SH, aldeído, trimônio, sulfonato, NH<sub>2</sub>, NHR; ou vinil piridina, vinil piridina-N-óxido, pirrolidona de vinila; (ii) monômeros catiônicos, tais como cloreto de dialquila de dimetilamônio, haletos de vinila de imidazolínio, piridina de vinila metilada, acrilamidas catiônicas e monômeros à base de guanidina; ou (iii) N-vinil formamida e quaisquer suas misturas. A razão de monômero de amina/monômero total varia de cerca de 0,01 a cerca de 0,99, mais preferido desde cerca de 0,1 a cerca de 0,9.

[0029] Além disso, em vez de polímeros contendo amina é possível utilizar polímeros geradores de amina que podem gerar aminas primárias e secundárias durante o processo de formação da microcápsula como descrito na US 2006/0248665.

[0030] Os agentes de reticulação podem incluir aminoplastos, aldeídos tais como formaldeído e acetaldeído, dialdeídos tais como glutaraldeído, epóxi, oxigênio ativo tais como radicais ozono e OH, ácidos carboxílicos poli-substituídos e seus derivados, tais como cloretos ácidos, anidridos, isocianatos, dicetonas, compostos orgânicos a base de cloreto de sulfonila, substituído com haleto, agentes de reticulação inorgânicos, tais

como  $\text{Ca}^{2+}$ , produtos orgânicos capazes de formar ligações azo, azoxi e hidrazo, lactonas e lactamas, cloreto de tionila, fosgênio, tanino/ácido tânico, polifenóis e as suas misturas. Além disso, os processos tais como radical livre e reticulação por radiação podem ser utilizados de acordo com a presente invenção. Exemplos de agentes de reticulação de radicais livres são o peróxido de benzoíla, persulfato de sódio, azoisobutilnitrila (AIBN) e suas misturas.

[0031] No que diz respeito ao agente de reticulação, as propriedades da parede são influenciadas por dois fatores, o grau de reticulação e a natureza hidrofóbica ou hidrofílica do agente de reticulação. A quantidade e reatividade do agente de reticulação determinam o grau de reticulação. O grau de reticulação influencia a permeabilidade da parede da microcápsula por formação de uma barreira física no sentido da difusão. Paredes feitas a partir de agentes de reticulação que possuem grupos pouco reativos terão menores graus de reticulação do que as paredes feitas a partir de agentes de reticulação muito reativos. Se um elevado grau de reticulação é desejado a partir de um agente de reticulação pouco reativo, é adicionado mais. Se um baixo grau de reticulação é desejado a partir de um agente de reticulação muito reativo, é adicionado, em seguida, o menos reativo. A natureza e quantidade do agente de reticulação também pode influenciar a hidrofobicidade/hidrofilicidade da parede. Alguns agentes de reticulação são mais hidrofóbicos do que outros e estes podem ser utilizados para conferir qualidades hidrofóbicas para a parede, com o grau de hidrofobicidade diretamente proporcional à quantidade de agente de reticulação utilizado.

[0032] A otimização do grau da rede de reticulações das microcápsulas pode ser alcançada por ajustamento da quantidade de agente de reticulação utilizado em combinação com as temperaturas de cura, por exemplo, abaixo, igual ou superior a cerca de 100°C.

[0033] O grau de reticulação e o grau de hidrofobicidade pode resultar

de um único agente de reticulação ou uma combinação de agentes de reticulação. Um agente de reticulação que é altamente reativo e hidrofóbico pode ser usado para criar paredes da microcápsula com um elevado grau de reticulação e um carácter hidrofóbico. Agentes de reticulação individuais que possuem ambas estas qualidades são limitados e assim, misturas de agente de reticulação podem ser empregadas para explorar estas combinações. Agentes de reticulação que possuem elevadas reatividades, mas baixas hidrofobicidades, podem ser utilizados em combinação com um agente de reticulação pouco reativo, alta hidrofobicidade para produzir paredes com elevados graus de reticulação e elevada hidrofobicidade. Agentes de reticulação adequados são descritos no documento US 2006/0248665.

[0034] A faixa de peso molecular dos polímeros ou copolímeros contendo amina substituída ou não substituída e misturas dos mesmos, úteis na prática da presente invenção é de cerca de 1.000 a cerca de 1.000.000, preferivelmente desde cerca de 10.000 a cerca de 500.000. Os polímeros ou copolímeros contendo amina substituída ou não substituída linear úteis na prática da presente invenção podem ser ramificados, lineares, em forma de estrela, enxerto, escada, pente/escova, do tipo dendrítico, ou podem ser um polímero ou copolímero em bloco, ou misturas de qualquer um dos polímeros ou copolímeros acima referidos. Alternativamente, estes polímeros também podem possuir propriedades cristalinas líquidas termotrópicas e/ou liotrópicas.

[0035] Cápsulas de poliureia podem ser preparadas utilizando isocianatos multifuncionais e aminas multifuncionais. Ver documentos WO 2004/054362; EP 0 148149; EP 0 017 409 B1; patentes US Nos. 4.417.916, 4.124.526, 4.285.720, 4.681.806, 5.583.090, 6.340.653, 6.566.306, 6.730.635, 8.299.011, WO 90/08468, e WO 92/13450.

[0036] Estes isocianatos contêm dois ou mais grupos isocianato (-NCO). Os isocianatos adequados incluem, por exemplo, di-isocianato de 1,5-

naftileno, di-isocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI), MDI hidrogenado (H12MDI), di-isocianato de xilileno (XDI), di-isocianato de tetrametilxilol (TMXDI), di-isocianato de 4,4'-difenildimetilmetano, di-isocianato de di- e tetraalquildifenilmetano, di-isocianato de 4,4'-dibenzila, di-isocianato de 1,3-fenileno, di-isocianato de 1,4-fenileno, os isômeros do di-isocianato de toluileno (TDI), opcionalmente em uma mistura, 1-metil-2,4-di-isocianatociclo-hexano, 1,6-di-isocianato-2,2,4-trimetil-hexano, 1,6-di-isocianato-2,4,4-trimetil-hexano, 1-isocianatometil-3-isocianato-1,5,5-trimetilciclo-hexano, di-isocianatos clorados e bromados, di-isocianatos que contêm fósforo, 4,4'-di-isocianatofenilperfluoroetano, 1,4-di-isocianato de tetrametoxibutano, 1,4-di-isocianato de butano, 1,6-di-isocianato de hexano (HDI), di-isocianato de diciclo-hexilmetano, 1,4-di-isocianato de ciclohexano, di-isocianato de etileno, éster de bisisocianatoetila de ácido ftálico, também poli-isocianatos com átomos de halogênio reativos, tais como 2,4-di-isocianato de 1-clorometilfenila, 2,6-di-isocianato de 1-bromometilfenila, e 4,4'-difenildi-isocianato de éter 3,3-bisclorometílico. Poli-isocianatos contendo enxofre são obtidos, por exemplo, por reação de di-isocianato de hexametileno com tioglicol ou sulfeto de di-hidroxidi-hexila. Além disso di-isocianatos adequados são di-isocianato de trimetil-hexametileno, 1,4-di-isocianatobutano, 1,2-di-isocyanatododecano e dímero de di-isocianato de ácido graxo.

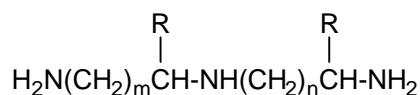
[0037] As aminas multifuncionais contêm dois ou mais grupos amina incluindo -NH<sub>2</sub> e -RNH, R sendo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> alquila substituída e não substituída, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> heteroalquila, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> cicloalquila, heterocicloalquila de 3 a 8 membros, arila e heteroarila.

[0038] As diaminas solúveis em água são uma classe de aminas úteis para formar uma parede de cápsula de poliureia. Uma classe de aminas exemplares é do tipo:



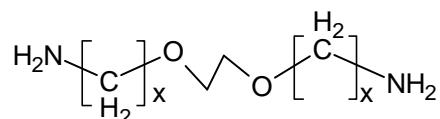
onde n é  $\geq 1$ . Quando n é 1, a amina é metilenodiamina. Quando n é 2, a amina é etileno diamina e assim por diante. As aminas adequadas deste tipo incluem, mas não estão limitadas a, etileno diamina, 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, hexanetileno diamina, hexametileno diamina, e pentaetileno-hexamina. Em formas de realização particulares da presente invenção, o n preferido é 6, em que a amina é uma diamina de hexametileno.

[0039] As aminas que têm uma funcionalidade superior a 2, mas inferior a 3, e que podem fornecer um grau de reticulação na parede do invólucro são também úteis. Exemplos de aminas desta classe são as poliaminas de polialquíleno do tipo:



em que R é igual a hidrogênio ou  $-\text{CH}_3$ , m é 1-5 e n é 1-5, por exemplo, dietileno triamina, trietileno tetra-amina e semelhantes. Exemplos de aminas deste tipo incluem, mas não estão limitados a dietilenotriamina, bis(3-aminopropil)amina, bis(hexametileno)triamina.

[0040] Outra classe de amina que pode ser utilizada na presente invenção é poliéteraminas. Elas contêm grupos amino primário ligados à extremidade de uma espinha dorsal de poliéster. A espinha dorsal de poliéster é normalmente baseada no ou óxido de propileno (PO), óxido de etileno (EO), ou misturados PO/EO. O éter amina pode ser monoamina, diamina, ou triamina, com base nesta estrutura do núcleo. Um exemplo é:



Poliéteraminas exemplares incluem 2,2-etilenodioxi)bis (etilamina) e 4,7,10-trioxa-1,13-tridecanediamina.

[0041] Outras aminas adequadas incluem, mas não estão limitadas a, tris(2-aminoetil)amina, trietilenotetramina, N,N'-bis(3-aminopropil)-1,3-propanodiamina, tetraetilenopentamina, 1,2-diaminopropano, N,N,N',N'-

tetraquis(2-hidroxietil)etileno diamina, N,N,N',N'-tetraquis(2-hidroxipropil) etilenodiamina, polietilenimina ramificada, 2,4-diamino-6- hidroxipirimidina e 2,4,6-triaminopirimidina.

[0042] As aminas anfotéricas, isto é, aminas que podem reagir como um ácido, bem como uma base, são outra classe de aminas de utilização na presente invenção. Exemplos de aminas anfotéricas incluem proteínas e aminoácidos, tais como gelatina, L-lisina, L-arginina, monocloridrato de L-lisina, monocloridrato de arginina e monocloridrato de ornitina.

[0043] As aminas de guanidina e sais de guanidina são ainda uma outra classe de aminas de utilização na presente invenção. Aminas de guanidina e sais de guanidina exemplificativos incluem, mas não estão limitados a, mono-cloridrato de 1,3-diaminoguanidina, cloridrato de 1,1-dimetilbiguanida, carbonato de guanidina e cloridrato de guanidina.

[0044] Outras aminas adequadas incluem as comercialmente disponíveis, tais como JEFFAMINE EDR-148 (em que x = 2), JEFFAMINE EDR-176 (em que x = 3) (de Huntsman). Outras aminas de poliéter incluem a JEFFAMINE ED Series, e JEFFAMINE TRIAMINES.

[0045] A preparação de cápsulas de poliuretano pode ser realizada por reação de um ou mais dos isocianatos acima referidos com álcoois incluindo dióis ou polióis na presença de um catalisador. Dióis ou polióis de utilização na presente invenção têm um peso molecular na faixa de 200-2000. Dióis exemplares incluem, mas não estão limitados a, etileno glicol, dietileno glicol, propileno glicol, 1,4-butano diol, 1,4-hexano diol, dipropileno glicol, ciclohexila 1,4-dimetanol, e 1,8-octano diol. Polióis exemplares incluem, mas não estão limitados a, poli(etileno glicóis), poli(propileno glicóis), e poli(tetrametileno glicóis). Os álcoois que têm pelo menos dois centros nucleofílicos são também úteis, por exemplo, hexileno glicol, pentaeritritol, glicose, sorbitol, e 2-aminoetanol.

[0046] Os catalisadores adequados para utilização na invenção são

compostos amino ou organometálicos e incluem, por exemplo, 1,4-diazabiciclo[2.2.2]octano (por exemplo, DABCO, Air Products, Allentown, PA), N,N-dimetilaminoetanol, N,N-dimetilciclo-hexilamina, bis(2-dimetilaminoetil)éter, N,N-dimetilacetilamina, octoato de estanho e dilaurato de dibutil-estanho.

[0047] A Tabela 1 abaixo lista de reticuladores típicos úteis para a preparação de paredes de poliureia e de poliuretano.

TABELA 1

Composto de hidrogênio ativo	Estrutura típica	Razão Rel Rxn m/p-MDI a 25°C
1° Amina alifática	R-NH <sub>2</sub>	100.000
2° Amina alifática	R <sub>1</sub> R <sub>2</sub> NH	20.000-50.000
1° Amina aromática	Ar-NH <sub>2</sub>	200-300
1° Hidroxila	R-CH <sub>2</sub> -OH	100
Água	H-O-H	100
2° Amina aromática	Ar-NH-R ou Ar-NH-Ar'	100
Ácido carboxílico	R-COOH	40
2° Hidroxila	RR'CH-OH	30
Ureias	R-NH-C(O)-NH-R'	15
3° Hidroxila	R <sub>3</sub> C-OH	0,5
Uretanos	R-NH-C(O)-O-R'	0,3
Amida	RC(O)-NH <sub>2</sub>	0,1

[0048] Partículas de amido pré-carregadas com uma fragrância também podem ser incluídas no sistema de liberação de cápsula desta invenção. Exemplos dessas partículas de amido podem ser encontradas na patente europeia 2606112 e na patente US 7.585.824. Partículas de amido adequadas incluem aquelas formadas de amidos porosos, amidos modificados, amidos de carboxialquila, e amidos cationicamente modificados. Estes amidos podem ter um peso molecular de cerca de 100.000 a cerca de 500.000.000 (por exemplo, cerca de 200.000 a cerca de 10.000.000 e cerca de 250.000 a cerca de 5.000.000). A razão em peso do amido e do material ativo é geralmente cerca de 1:25 a cerca de 1:1 (por exemplo, cerca de 1:10 a cerca de 4:96). A razão em peso entre as cápsulas e as partículas de amido podem ser de cerca de 1:20 a cerca de 20:1 (por exemplo, cerca de 1:5 a cerca de 5:1).

[0049] O diâmetro de qualquer das microcápsulas ou partículas acima descritas pode variar desde cerca de 10 nanômetros e cerca de 1000 micra, de

preferência entre cerca de 50 nanómetros e cerca de 100 micra e mais preferivelmente de cerca de 1 a cerca de 15 micra. A distribuição de microcápsula pode ser estreita, larga ou multimodal. Cada modal das distribuições multimodais pode ser composto de diferentes tipos de produtos químicos de microcápsulas.

[0050] De acordo com outras formas de realização, os dois ou mais tipos diferentes de cápsulas do sistema tem as mesmas ou diferentes características do núcleo, isto é, diferentes materiais ativos; diferentes modificadores do núcleo, tais como solventes, emulsionantes e tensoativos; e/ou diferentes removedores. A título de ilustração, uma primeira cápsula pode conter de uma combinação de acetato de cinamila e cinamato de cinamila e uma segunda cápsula pode conter baunilha de modo que as primeira e segunda cápsulas têm diferentes materiais ativos do núcleo.

[0051] O material ativo apropriado para uso na presente invenção pode ser uma grande variedade de materiais em que se gostaria para liberar em uma forma de liberação controlada sobre as superfícies sendo tratadas com as presentes composições ou para o ambiente em torno das superfícies. Exemplos não limitativos de materiais ativos incluem perfumes, agentes aromatizantes, fungicidas, abrillantadores, agentes antiestáticos, agentes de controle do enrugamento, agentes ativos de amaciadores de tecidos, agentes ativos de limpeza de superfícies duras, agentes de condicionamento de pele e/ou do cabelo, neutralizantes de mau cheiro, agentes ativos antimicrobianos, agentes de proteção de UV, repelentes de insetos, repelentes de animal/pragas, retardadores de chama, e assim por diante.

[0052] Em uma forma de realização preferida, o material ativo é uma fragrância, caso em que as microcápsulas que contêm a fragrância fornecem um aroma de liberação controlada sobre a superfície sendo tratada ou para o ambiente circundante a superfície. Neste caso, a fragrância pode ser composta de um número de materiais primas de fragrâncias conhecidas na técnica, tais

como óleos essenciais, extratos botânicos, materiais de perfumaria sintéticos, e semelhantes.

[0053] Em geral, o material ativo é contido nas microcápsulas a um nível de desde cerca de 1% a cerca de 99% (por exemplo, cerca de 10% a cerca de 95%, cerca de 30% a cerca de 90%, e cerca de 10 a cerca de 50%), em peso, do total das microcápsulas. O peso das partículas totais de microcápsulas inclui o peso do invólucro da microcápsula mais o peso do material no interior da microcápsula.

[0054] As fragrâncias adequadas para utilização na presente invenção incluem, sem limitação, qualquer combinação de fragrância, óleo essencial, extrato vegetal ou uma sua mistura que seja compatível com, e suscetível de ser encapsulada por um polímero.

[0055] Muitos tipos de fragrâncias podem ser utilizados na presente invenção, sendo a única limitação à compatibilidade e a capacidade de ser encapsulada pelo polímero sendo utilizado, e compatibilidade com o processo de encapsulamento utilizado. Fragrâncias adequadas incluem, mas não estão limitadas a frutas, tais como amêndoas, maçã, cereja, uva, pera, abacaxi, laranja, morango, framboesa; amêndoas, aromas de flores como semelhante à lavanda, semelhante a rosa, semelhante a íris, e semelhante a cravo. Outros aromas agradáveis incluem aromas de ervas, como alecrim, tomilho e sálvia; e aromas da floresta derivado de pinheiros, abetos e outros aromas de floresta. Fragrâncias podem também ser derivadas a partir de vários óleos, tais como óleos essenciais, ou a partir de materiais de plantas tais como hortelã-pimenta, hortelã e semelhantes. Outros aromas familiares e populares podem também ser empregados, tais como talco de bebê, pipoca, pizza, algodão doce e semelhantes na presente invenção.

[0056] Uma lista de fragrâncias adequadas é fornecida na US 4.534.891, US 5.112.688 e US 5.145.842. Outra fonte de fragrâncias adequadas é encontrada em *Perfumes Cosmetics and Soaps*, segunda edição,

editado por W.A. Poucher, 1959. Entre as fragrâncias previstas neste tratado estão acácia, cassie, chipre, cíclame, samambaia, gardênia, espinheiro, heliotropo, madressilva, jacinto, jasmim, lilás, lírio, magnólia, mimosa, narciso, feno recém-cortado, flor de laranjeira, orquídeas, resedá, ervilha doce, trevo, tuberosa, baunilha, violeta, goivo-amarelo e similares.

[0057] Além disso, é conhecido na técnica que os materiais de fragrâncias com logP ou ClogP inferior (estes termos serão usados indiferentemente a partir deste ponto em diante) exibem maior solubilidade aquosa. Assim, quando estes materiais estão no núcleo de uma microcápsula com uma parede hidratado que é colocada em um produto de consumo aquosa, eles têm uma maior tendência a difundir-se a base contendo um agente tensoativo, se a parede do invólucro é permeável aos materiais de fragrâncias.

[0058] Tal como descrito na US 7.491.687, o logP dos muitos ingredientes de perfume tenha sido relatado, por exemplo, o banco de dados Ponoma92, disponível a partir de Daylight Chemical Information Systems, Inc. (Daylight CIS, Irvine, CA). Os valores são mais convenientemente calculados utilizando o programa ClogP também disponível a partir de Daylight CIS. O programa também enumera valores logP experimentalmente determinados quando disponíveis a partir do banco de dados de Pomona. O logP calculado (ClogP) é normalmente determinado pela abordagem de fragmento (Hansch e Leo (1990) em *Comprehensive Medicinal Chemistry*, Vol. 4, Hansch, et al., Editors, p. 295, Pergamon Press). Esta abordagem baseia-se na estrutura química do ingrediente de fragrância e toma em consideração o número e tipos de átomos, a conectividade do átomo e ligação química. Os valores de ClogP que são estimativas fiáveis e mais amplamente utilizadas para esta propriedade físico-química podem ser utilizados em vez dos valores de logP experimentais úteis na presente invenção. Informação adicional relacionada com valores de ClogP e logP pode ser encontrada no

documento US 5.500.138.

[0059] Os seguintes ingredientes de fragrância fornecidos na Tabela 1 encontram-se entre aqueles que são adequados para a inclusão dentro das microcápsulas da presente invenção.

TABELA 1

INGREDIENTES DO PERFUME	CLOGP
Glicolato de alil amila	2,72
Ppropionato de alil ciclo-hexano	3,94
Ambretolida	6,26
Acetato de iso-amila	2,20
Benzoato de amila	3,42
Cinamato de amila	3,77
Aldeído amil cinâmico	4,32
Aldeído amil cinâmico dimetil acetal	4,03
Salicilato de iso-amila	4,60
AURANTIOL (Hidroxicitronelal-metilantranilato)	4,22
Salicilato de benzila	4,38
Butil ciclo-hexanona	2,84
Ciclo-hexil acetato de para-terc-butila	4,02
Iso-butil quinolina	4,19
Iso-butil tiazol	2,94
Beta-Cariofileno	6,33
Cadineno	7,35
Carvona	2,27
Cedrol	4,53
Acetato de cedrila	5,44
Formato de cedrila	5,07
Acetato de cinamila	2,39
Cinamato de cinamila	5,48
Salicilato de ciclo-hexila	5,27
Aldeído de ciclamen	3,68
Cyclacet	2,97
Di-hidro carvona	2,41
Difenil metano	4,06
Óxido de di-fenila	4,24
Dodecalactona	4,36
ISO E SUPER 1-(1,2,3,4,5,6,7,8-Octa-hidro-2,3,8,8-tetrametil-2-naftalenil)-etanona)	3,46
Brassilato de etileno	4,55
Butirato de etil-2-metila	2,11
Etil amil cetona	2,46
Cinamato de etila	2,85
Undecilenato de etila	4,89
EXALTOLIDE (ácido 15-hidroxientadecanolico, lactona)	5,35
GALAXOLIDE (1,3,4,6,7,8-hexa-hidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-gama-2-benzopirano)	5,48
Antranilato de geranila	4,22
Fenil acetato de geranila	5,23

Hediona	2,53
Hexadecanolida	6,81
Salicilato de hexenila	4,72
Aldeído hexil cinâmico	4,90
Salicilato de hexila	4,91
Alfa-Irona	3,82
Liffarome	2,23
LILIAL (aldeído para-terciário-butil-alfa-metil hidrocinâmico)	3,86
Benzoato de linalila	5,23
Liral	2,08
Manzanato	2,65
Caproato de metila	2,33
Di-hidrojasmona de metila	4,84
Gamma-n-metil ionona	4,31
Indanona almíscar	5,46
Tibetina almíscar	3,83
Oxa-hexadecanolida-10	4,34
Oxa-hexadecanolida-11	4,34
Álcool Patchouli	4,53
PHANTOLIDE (5-acetil-1,1,2,3,3,6-hexametil indan)	5,98
Benzoato de fenil etila	4,21
Acetato de feniletifnila	3,77
Fenil heptanol	3,48
Resetona	2,59
Alfa-Santalol	3,80
Acetato de estiralila	2,05
Thibetolide (Ácido 15-hidroxipentadecanoico, lactona)	6,25
Triplal	2,34
Delta-Undecalactona	3,83
Gama-Undecalactona	4,14
Acetato de vetiverila	4,88
Ylangene	6,27

[0060] A fim de proporcionar o maior impacto da fragrância a partir das microcápsulas de fragrâncias depositadas sobre os diversos substratos mencionados acima, é preferido que os materiais com uma elevada atividade de odor sejam utilizados. Os materiais com alta atividade de odor podem ser detectados pelos receptores sensoriais em baixas concentrações no ar, proporcionando, assim, a percepção de elevada fragrância de baixos níveis de microcápsulas depositadas. Esta propriedade deve ser equilibrada com a volatilidade, como descrito acima. Alguns dos princípios acima mencionados são descritos na US 5.112.688.

[0061] Em formas de realização referentes a microcápsulas curados a alta temperatura aqui descritas, uma ampla faixa de materiais de clogP podem

ser utilizados, devido à melhoria da estabilidade das microcápsulas. Por conseguinte, o material ativo do núcleo pode ter, pelo menos, 60% em peso de materiais com ClogP maior do que 2, preferivelmente maior do que 80% em peso com um ClogP maior do que 2,5 e mais preferencialmente maior do que 80% em peso de materiais com ClogP maior do que 3. Em uma outra forma de realização, as microcápsulas de alta estabilidade podem também permitir a retenção de 100% de material ativo com logP igual ou inferior a 2 a ser eficazmente encapsulado.

[0062] Em certas formas de realização da presente invenção, as primeira e segunda cápsulas têm diferentes quantidades de fragrâncias com pressões de vapor particulares. Em formas de realização específicas, a primeira cápsula contém uma fragrância, em que cerca de 50 a cerca de 100% em peso da fragrância, mais preferivelmente cerca de 60 a cerca de 100% em peso da fragrância e mais preferivelmente cerca de 70 a cerca de 90% em peso da fragrância tem um pressão de vapor saturado a 23°C de cerca de 0,01 mm de Hg ou superior, e a segunda cápsula contém uma fragrância, em que cerca de 20 a cerca de 100% em peso da fragrância, mais preferivelmente cerca de 30 a cerca de 80% em peso da fragrância e ainda mais de preferência cerca de 40 a cerca de 60% em peso da fragrância tem uma pressão de vapor saturado a 23°C maior do que ou igual a cerca de 0,01 mm Hg. Em particular, a primeira cápsula contém uma fragrância, em que cerca de 50 a cerca de 100% em peso da fragrância, mais preferivelmente cerca de 60 a cerca de 100% em peso da fragrância e mais preferivelmente cerca de 70 a cerca de 90% em peso da fragrância tem uma pressão de vapor saturado a 23°C maior do que ou igual a cerca de 0,01 mm de Hg e a cápsula é curada a uma temperatura igual ou superior a 100°C durante pelo menos 2 horas, e a segunda cápsula contém uma fragrância, em que cerca de 20 a cerca de 100% em peso do perfume, mais preferivelmente cerca de 30 e cerca de 80% em peso de fragrância e ainda mais preferencialmente cerca de 40 a cerca de 60%

em peso da fragrância tem uma pressão de vapor saturado a 23°C maior do que ou igual a cerca de 0,01 mm Hg e a cápsula é curada a uma temperatura inferior a 100°C durante menos de 2 horas. A determinação da pressão de vapor saturado de fragrâncias pode ser realizada por métodos convencionais. Ver, por exemplo, Rudolfi et al. (1986) *J. Cromatograph. A* 365:413-415; Friberg & Yin (1999) *J. Disp. Sci. Technol.* 20: 395-414.

[0063] Os especialistas na técnica apreciarão que as formulações de fragrâncias são misturas frequentemente complexas de muitos ingredientes de perfumaria. A perfumista comumente tem vários milhares de fragrâncias químicas para trabalhar. Aqueles peritos na técnica apreciam que a cada cápsula da primeira ou segunda cápsula pode conter um único ingrediente, mas é muito mais provável que as cápsulas irão incluir, pelo menos, oito ou mais de fragrâncias químicas, mais prováveis de conter doze ou mais e muitas vezes vinte ou mais fragrâncias químicas. A presente invenção também contempla a utilização de formulações de fragrância complexa contendo cinquenta ou mais fragrâncias químicas, setenta e cinco ou mais, ou mesmo uma centena ou mais de fragrâncias químicas em uma formulação de fragrância.

[0064] O nível de fragrância em uma microcápsula da presente invenção varia de cerca de 5 a cerca de 95% em peso, de preferência de cerca de 40 a cerca de 95% em peso e mais preferivelmente de cerca de 50 a cerca de 90% em peso. Além da fragrância, outros materiais podem ser usados em conjunto com a fragrância e são entendidos para ser incluídos.

[0065] O presente material ativo pode incluir ainda um ou mais neutralizadores de mau cheiro a um nível de preferência menos do que cerca de 70% em peso da composição (por exemplo, cerca de 0,1 a cerca de 50% em peso e cerca de 0,5 a cerca de 5% em peso). A composição de neutralizador de mau cheiro serve para reduzir ou eliminar o mau cheiro das superfícies ou objetos a serem tratados com as composições presentes. A

composição de neutralizador de mau cheiro é de preferência selecionada a partir de ciclodextrina não complexada, bloqueadores de odor, aldeídos reativos, flavonoides, zeólitos, carbono ativado, e suas misturas. As composições aqui que incluem agentes de controle de odores podem ser utilizadas em métodos para reduzir ou eliminar o mau cheiro de superfícies tratadas com as composições.

[0066] Exemplos específicos de componentes da composição neutralizadora de mau cheiro úteis nas microcápsulas na presente invenção incluem, mas não estão limitados a, componentes neutralizadores de mau cheiro tal como butirato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, acetato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, 1-ciclo-hexiletan-1-ol, propionato de 1-(4'-metil-etyl) ciclo-hexiletan-1-ila, e 2'-hidroxi-1'-etyl(2-fenoxy)acetato, cada um dos composto é comercializado sob a marca registada VEILEX pela International Flavors & Fragrances Inc. (Nova Iorque, NY); e componentes neutralizadores de mau cheiro tais como aqueles descritos no documento US 6.379.658, que incluem éter β-naftil metílico, cetona de β-naftila, acetona de benzila, mistura de propionato de hexa-hidro-4,7-metanoinden-5-ila e propionato de 4,7-hexahidro-metanoinden-6-ila, 4-(2,6,6-trimetil-2-ciclo-hexen-1-il)-3-metil-3-buteno-2-on, 3,7-dimetil-2,6-nonadien-1-nitrila, dodeca-hidro-3a,6,6,9a-tetrametil nafto(2,1-b)furan, éster cíclico de etileno glicol de ácido n-dodecanoico, 1-ciclo-hexadecen-6-one, 1-ciclo-heptadecen-10-on, e óleo de hortelã milho.

[0067] Em adição aos materiais de fragrâncias e neutralizadores de mau cheiro, a presente invenção contempla a incorporação de materiais solventes em uma ou mais das microcápsulas. Os materiais solventes são materiais hidrófobos que são miscíveis em materiais de fragrâncias. Os materiais solventes servem para aumentar a compatibilidade dos vários materiais ativos, aumentar a hidrofobicidade total da mistura, influenciar a pressão de vapor de materiais ativos, ou servir para estruturar a mistura. Os

solventes adequados são aqueles que têm afinidade razoável para os produtos químicos de fragrância e um ClogP maior do que cerca de 2,5, preferivelmente maior do que cerca de 3,5 e mais preferivelmente maior do que cerca de 5,5. Materiais solventes adequados incluem, mas não estão limitados a óleo de triglicerídeo, mono e diglicerídeos, óleo mineral, óleo de silicone, ftalato de dietila, olefinas polialfa, óleo de rícino e miristato de isopropila. Em uma forma de realização preferida, os materiais solventes são combinados com materiais de fragrância que têm valores ClogP tal como estabelecido acima. Deve ser notado que a escolha de um solvente e de fragrância com elevada afinidade um com o outro irá resultar na melhoria mais acentuada na estabilidade. Os solventes apropriados incluem, mas não se limitam a, mono-, di- e tri-ésteres, e suas misturas, ou ácidos graxos e glicerina, em que a cadeia de ácido graxo pode variar desde C<sub>4</sub>-C<sub>26</sub> e a cadeia de ácido graxo pode ter qualquer nível de insaturação. Por exemplo, triglycerídeos cáprico/caprílico conhecidos como Neobee M5 (Stepan Corporation) é um solvente adequado. Outros exemplos apropriados são os da série CAPMUL de Abitec Corporation. Por exemplo, CAPMUL MCM. Solventes adicionais incluem, miristato de isopropila; ésteres de ácidos graxos de oligômeros de poliglicerol, por exemplo, R<sub>2</sub>CO-[OCH<sub>2</sub>-CH(OCOR<sub>1</sub>)-CH<sub>2</sub>O-]<sub>n</sub>, em que R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> podem ser H ou cadeias C<sub>4</sub>-C<sub>26</sub> alifáticas, ou suas misturas, e n varia entre cerca de 2 e cerca de 50, de um modo preferido cerca de 2 e cerca de 30; alcoxilatos de álcoois graxos não iônicos como os tensoativos NEODOL da BASF, os tensoativos Dobanol da Shell Corporation, ou os tensoativos BIO-SOFT de Stepan, em que o grupo alcoxi é etoxi, propoxi, butoxi, ou as suas misturas e os referidos tensoativos podem ser com capeado nas extremidades com grupos metila, a fim de aumentar a sua hidrofobicidade; cadeia de ácido di- e tri-graxo contendo tensoativos não iônicos, aniônicos e catiônicos, e suas misturas; ésteres de ácidos graxos de polietileno glicol, polipropileno glicol, polibutileno glicol e, ou suas misturas;

polialfaolefinas tais como a linha EXXONMOBIL PURESYM PAO; ésteres tais como os ésteres EXXONMOBIL PURESYN; óleo mineral; óleos de silicone, tais polidimetil siloxano e polidimetilciclosiloxano; ftalato de dietila; adipato de di-octila e adipato de di-isodecila.

[0068] Embora nenhum solvente é necessário no núcleo, é preferível que o nível de solvente no núcleo do produto da microcápsula deve ser inferior a cerca de 80% em peso, de preferência menos do que cerca de 50% em peso e mais preferivelmente de 0 a cerca de 20% em peso. Além do solvente, é preferido que materiais de fragrâncias de ClogP mais elevados são empregados. É preferido que maior do que cerca de 25% em peso, preferivelmente maior do que cerca de 50% em peso e mais preferivelmente maior do que cerca de 90% em peso dos produtos químicos de fragrâncias têm valores ClogP entre cerca de 2 e cerca de 7, de preferência entre cerca de 2 e cerca de 6 e mais de preferência entre cerca de 2 e cerca de 5. Aqueles com perícia na técnica irão apreciar que muitas formulações podem ser criadas utilizando vários solventes e produtos químicos de fragrâncias. A utilização de relativamente baixa para compostos químicos de fragrância de ClogP intermediários vai resultar em uma fragrância que pode ser encapsulada, desde que seja suficientemente solúvel em água, liberar os ingredientes para as fases de consumidores críticos, tais como tecido úmido e seco, que normalmente teriam evaporado ou dissolvidos em água durante a lavagem. Embora materiais de logP alto têm excelentes propriedades de encapsulamento que são geralmente bem liberadas a partir de uma (não encapsulado) fragrância regular em um produto de consumo. Essas fragrâncias químicas, em geral, só precisam de encapsulamento para fins de caracteres fragrância geral, de liberação da fragrância de muito longa duração, ou superação de incompatibilidade com o produto de consumo, por exemplo, materiais de fragrância que de outra forma seria instável, causa espessamento ou descoloração do produto ou de outra forma negativamente afetam

propriedades do produto de consumo desejadas.

[0069] Uma característica comum de muitos processos de encapsulamento é que eles requerem que o material de fragrância a ser encapsulado seja dispersado em soluções aquosas de polímeros, pré-condensados, tensoativos, removedores e outros semelhantes antes da formação das paredes da microcápsula. Em uma forma de realização, as cápsulas do sistema da presente invenção têm diferentes removedores, em particular, removedores de formaldeído. De acordo com esta forma de realização, o removedor de formaldeído pode ser utilizado a partir de quantidades eficazes de rastreio até 100 vezes (isto é, 100X) da quantidade estequiométrica. A quantidade estequiométrica é a quantidade de removedor necessária para teoricamente ligar a ou reagir com todo o formaldeído adicionado sob a forma de um agente de reticulação de aminoplasto (ligado e livre de formaldeído). Esta quantidade de removedor pode ser adicionada à pasta ou depois para a formulação do produto final. Por exemplo, uma pasta sem sequestrante pode ser adicionada à formulação, seguido por uma certa quantidade de removedor.

[0070] A quantidade particular de um agente de reticulação à base de formaldeído, que é usada para criar a pasta da cápsula contém uma percentagem de formaldeído livre e formaldeído ligado. Os moles totais combinados de formaldeído livre e ligado irão determinar a quantidade de moles de removedor que é necessária para reagir com todo o formaldeído. Para conduzir esta reação até estar completa, a cerca de 10X (isto é, 10 vezes) excesso molar de removedor é utilizado, de preferência, cerca de um excesso molar de 5x de removedor. Por moles aqui se entende moles de grupos de removedor. Portanto, se a molécula de removedor é multifuncional (isto é, polimérica) menos moles desta molécula necessita de ser adicionados. Este é o nível máximo de removedor necessário com base na quantidade de agente de reticulação utilizado.

[0071] O nível mínimo de removedor necessário é a quantidade que sequestra apenas o formaldeído livre na pasta. Este nível é determinado analiticamente. A quantidade mínima de moles de removedor necessária é igual a moles de formaldeído medido (1:1). Removedores de formaldeído exemplificativos incluem compostos de  $\beta$ -dicarbonila; removedores mono ou di-amida; aminas que formam iminas por reação com formaldeído; e redutores de formaldeído e compostos contendo enxofre, tais como os revelados na US 2009/0258042.

[0072] Os compostos de  $\beta$ -dicarbonila da presente invenção têm um hidrogênio ácido que dá origem a um átomo nucleofílico que pode reagir com o formaldeído. Os exemplos específicos de compostos de  $\beta$ -dicarbonila incluem, mas não estão limitados a, acetoacetamida (BKB; Eastman), acetoacetato de etila (EEA; Eastman), N,N-dimetilenoacetamida (DMAA; Eastman), acetoacetona, dimetil-1,3-acetonadicarboxilato, ácido 1,3-acetonadicarboxílico, ácido malônico, resorcinol, 1,3-ciclo-hexanodiona, ácido barbitúrico, 5,5-dimetil-1,3-ciclo-hexanodiona (dimedona), 2,2-dimetil-1,3-dioxano-4,6-diona (ácido de Meldrum), ácido salicílico, acetoacetato de metila (MAA; Eastman), acetoacetato de etil-2-metila, 3-metil-acetoacetona, malonato de dimetila, malonato de dietila, ácido de 1,3-dimetil-barbitúrico, resorcinol, floroglucinol, orcinol, ácido 2,4-di-hidroxi benzoico, ácido 3,5-di-hidroxi benzoico, malonamida e removedores de  $\beta$ -dicarbonila listados nas US 5.194.674 e US 5.446.195, bem como em Tomasino, et al. (1984) Textile Chemist and Colorist Vol. 16, No. 12.

[0073] Os exemplos dos removedores de mono- e di-amida eficazes preferidos são ureia, etileno ureia, propileno ureia, epsilon-caprolactama, glicouril, hidantoína, 2-oxazolidinona, 2-pirrolidinona, uracila, ácido barbitúrico, timina, ácido úrico, alantoína, poliamidas, 4,5-dihidroxietileno ureia, monometilol-4-hidroxi-4-metoxi-5,5-dimetil propilureia, nylon 2-hidroxietil etileno ureia (SR-511, SR-512; Sartomer), 2-hidroxietil ureia

(HYDROVANCE; National Starch), L-citrulina, biotina, N-metil ureia, N-etil-ureia, N-butil ureia, N-fenil ureia, 4,5-dimetoxi etileno ureia e succinimida.

[0074] As aminas contempladas por esta invenção incluem, mas não estão limitados a, poli(vinil amina) (LUPAMIN; BASF), arginina, lisina, asparaginas, prolina, triptofano, 2-amino-2-metil-1-propanol (AMP); proteínas tais como a caseína, gelatina, colágeno, proteína de soro de leite, proteína de soja, e albumina; melamina, benzoguanamina, ácido 4-aminobenzoico (PABA), ácido 3-aminobenzoico, ácido 2-aminobenzoico (ácido antranílico), 2-aminofenol, 3-aminofenol, 4-aminofenol, creatina, ácido 4-aminossalicílico, ácido 5-aminossalicílico, antranilato de metila, metoxilamina HCl, antranilamida, 4-aminobenzamida, p-toluidina, p-anisidina, ácido sulfanílico, sulfanilamida, 4-aminobenzoato de metila, 4-aminobenzoato de etila (benzocaína), 4-aminobenzoato de betadietilaminoetila (procaina), 4-aminobenzamida, ácido 3,5-diaminobenzoico e 2,4-diaminofenol. Outras aminas tais como os descritos nos documentos US 2006/0248665 e US 6.261.483, e os mencionados em Tomasino, et al. (1984) *Textile Chemist and Colorist* Vol. 16, N° 12, são também contemplados pela presente invenção. Hidrazinas, tais como 2,4-dinitrofenzil-hidrazina também pode reagir com o formaldeído pelo primeiro método para dar hidrazonas. A reação é dependente do pH e reversível. Outras aminas preferidas podem ser selecionadas a partir de uma lista não limitativa de 1,2-fenilenodiamina, 1,3-fenilenodiamina, 1,4-fenilenodiamina. Além disso, podem também ser usadas aminas aromáticas, triaminas e poliaminas alifáticas. Exemplos dessas aminas podem incluir, mas não se limitam a, anilina, hexametilenodiamina, bis-hexametenotriamina, trietilaminotriamina, poli(óxido de propileno)triamina, e poli(propileno glicol)diaminas.

[0075] De acordo com uma forma de realização da invenção, os modificadores opcionais do núcleo podem ser adicionados à pasta de cápsula.

Por exemplo, um material não confinado não encapsulado ativo a partir de cerca de 0,01% em peso a cerca de 50% em peso, mais preferivelmente de cerca de 5% em peso a cerca de 40% em peso pode ser incluído. Um auxiliar de deposição da cápsula (por exemplo, amidos catiônicos, tais como CWS42 Hi-CAT, guares catiônicos, tais como Jaguar C-162, resinas amino catiônicas, resinas de ureia catiônicas, aminas quaternárias hidrofóbicas, e similares) de cerca de 0,01% em peso a cerca de 25% em peso, e de preferência desde cerca de 5% em peso a cerca de 20% em peso podem ser incluídos. Opcionalmente, um emulsionante (ou seja, não iônicos, tais como monoestearato de polioxietileno sorbitano (Tween 60), aniônicos, tais como oleato de sódio, zwitteriônicos, tais como lecitinas) de cerca de 0,01% em peso a cerca de 25% em peso, e de preferência desde cerca de 5% em peso a cerca de 10% em peso podem ser incluídos. Opcionalmente, umectante (isto é, álcoois polihídricos tais como glicerina, propilen glicol, maltitol, polímeros não iônicos alcoxilados, tais como polietileno glicóis, polipropileno glicóis, etc.) desde cerca de 0,01% em peso a cerca de 25% em peso, e de preferência de cerca de 1% em peso a cerca de 5% em peso pode ser incluído. Agentes de controle da viscosidade (isto é, agentes de suspensão), que podem ser poliméricos ou coloidais (por exemplo, polímeros de celulose modificados, tais como metilcelulose, hidroxietilcelulose, hidroxietilcelulose hidrofobicamente modificada, polímeros de acrilato reticulados, tais como o Carbomer, poliéteres hidrofobicamente modificados, e semelhantes) a partir de cerca de 0,01% em peso a cerca de 25% em peso, e de preferência desde cerca de 0,5% em peso a cerca de 10% de peso podem ser incluídos. Opcionalmente, as sílicas que podem ser hidrofóbicas (isto é, a superfície de silanol tratada com silanos de halogênio, alcoxi-silanos, silazanos, siloxanos, etc., tais como SIPERNAT D17, AEROSIL R972 e R974 (disponível a partir de Degussa), etc.) e / ou hidrófilos, tais como AEROSIL 200, Sipernat 22S, 50S, Sipernat (disponível a partir de Degussa), SYLOID 244 (disponível a partir de Grace

Davison), etc., desde cerca de 0,01% em peso a cerca de 20% em peso, e de preferência desde cerca de 0,5% em peso a cerca de 5% de peso pode ser incluído.

[0076] Umectantes adequados adicionalmente e controle da viscosidade/agentes de suspensão estão descritos nas US 4.428.869, US 4.464.271, US 4.446.032, e US 6.930.078. Detalhes de sílicas hidrofóbicas como um veículo de liberação funcional de materiais ativos outros do que um agente de escoamento/antiaglomerante livre são descritos nas US 5.500.223 e US 6.608.017.

[0077] De acordo com outras formas de realização, os dois ou mais tipos diferentes de cápsulas do sistema têm sido curados de um modo diferente, por exemplo, temperaturas de cura diferentes, diferentes taxas de aquecimento e/ou diferentes tempos de cura. A título de ilustração, uma primeira cápsula pode ser curada a uma temperatura de 125°C e uma segunda cápsula pode ser curada a 85°C, de modo que as primeira e segunda cápsulas foram curadas a temperaturas diferentes. Em um outro exemplo ilustrativo, uma primeira cápsula pode ser curada a 90°C durante 2 horas e uma segunda cápsula pode ser curada durante 4 horas de modo a que as primeira e segunda cápsulas foram curadas durante tempos diferentes.

[0078] De acordo com uma forma de realização da invenção, existe uma relação direta entre a temperatura de cura mais elevada e menos lixiviação do material ativo a partir da microcápsula. De acordo com esta forma de realização, as capacidades de retenção de uma microcápsula são melhoradas quando a rede de reticulações de polímeros contendo materiais ativos são curadas a temperaturas iguais ou superiores a 100°C. Em uma forma de realização preferida, as capacidades de retenção de uma microcápsula no sistema de liberação da cápsula são melhoradas quando a temperatura de cura é acima de 110°C. Em uma forma de realização mais preferida, as capacidades de retenção desta microcápsula são melhoradas

quando a temperatura de cura é acima de 120°C.

[0079] Para obter uma microcápsula com mais lixiviação do material ativo a partir da microcápsula, certas formas de realização da presente invenção proporcionam uma temperatura de cura inferior a 100°C. Em algumas formas de realização, a temperatura de cura de uma microcápsula é igual ou inferior a 90°C (por exemplo, cerca de 50 a cerca de 90°C). Em outras formas de realização, a temperatura de cura de uma microcápsula é igual ou inferior a 80°C (por exemplo, cerca de 50 a cerca de 70°C).

[0080] Em formas de realização particulares, uma primeira cápsula é curada a uma temperatura igual ou acima de 100°C e uma segunda cápsula é curada a uma temperatura abaixo de 100°C. Em outras formas de realização, uma primeira cápsula é curada a uma temperatura acima de 120°C e uma segunda cápsula é curada a uma temperatura de entre cerca de 75 e 99°C.

[0081] Além disso, um maior desempenho das microcápsulas pode ser conseguido por cura a uma temperatura mais elevada durante um tempo mais longo. Portanto, em algumas formas de realização, a rede de reticulações de polímeros contendo materiais ativos podem ser curadas durante períodos de até 1 hora e mais preferivelmente mais do que duas horas. Mais preferivelmente, o período de cura da cápsula é, pelo menos, até cerca de 2 horas, pelo menos, até cerca de 3 horas ou, pelo menos, até cerca de 4 horas. Em formas de realização particulares, uma primeira cápsula é curada entre cerca de 1 e cerca de 4 horas e uma segunda cápsula é curada entre cerca de 1 e cerca de 4 horas. Em certas formas de realização, ambas as primeira e segunda cápsulas são curadas durante cerca de 1 a cerca de 3 horas a diferentes temperaturas.

[0082] Em uma forma de realização mais preferida, um maior desempenho das microcápsulas pode ser conseguido quando o perfil de aquecimento para a temperatura de cura alvo da rede de reticulações de polímeros contendo o material ativo é de preferência linear com uma taxa de

aquecimento de, pelo menos, até cerca de 2°C por minuto, de um modo preferido, pelo menos, até cerca de 5°C por minuto, mais de preferência, pelo menos, até cerca de 8°C por minuto e ainda mais preferivelmente, pelo menos, até cerca de 10°C por minuto ao longo de um período de tempo inferior a cerca de sessenta minutos e mais preferencialmente inferior a cerca de trinta minutos. Os seguintes métodos de aquecimento podem ser usados na prática da presente invenção, por exemplo, através da condução de óleo, radiação de vapor através de infravermelho, e micro-ondas e, por meio de convecção de ar aquecido, por injeção de vapor e de outros métodos conhecidos por aqueles peritos na técnica.

[0083] De acordo com a presente invenção, a temperatura de cura alvo é a temperatura mínima em graus Celsius a qual a cápsula compreendendo rede de reticulações de polímeros contendo materiais ativos pode ser curada durante um período de tempo mínimo para retardar a lixiviação. O período de tempo em que a temperatura de cura alvo necessário para retardar a lixiviação pode ser de, pelo menos, até cerca de dois minutos a, pelo menos, até cerca de 1 hora antes das cápsulas serem resfriadas. Mais preferivelmente, o período de cura da cápsula é, pelo menos, até cerca de 2 horas, pelo menos até cerca de 3 horas, ou pelo menos até cerca de 4 horas.

[0084] Em uma forma de realização preferida, a combinação de dois ou mais tipos de microcápsulas retêm mais do que cerca de 40% do material ativo encapsulado depois de um período de quatro semanas em um produto de consumo, por exemplo, uma base contendo tensoativos, álcoois, ou silicones voláteis que podem lixiviar materiais ativos a partir de cápsulas ao longo do tempo. Em uma forma de realização mais preferida, as microcápsulas retêm mais do que cerca de 50% do material ativo encapsulado depois de um período de quatro semanas. Em uma forma de realização mais preferida, as microcápsulas retêm mais do que cerca de 60% do material ativo

encapsulado. Capacidades de retenção podem variar dependendo da formulação da base do produto, tal como o nível de tensoativo, que podem variar desde cerca de 1% a cerca de 50%, bem como da natureza do material ativo encapsulado e temperatura de armazenamento.

[0085] A lixiviação do material ativo, tal como fragrância, ocorre não só quando armazenado nos produtos de consumo, mas também quando o uso de detergentes, amaciante de tecidos e outros produtos de tratamento dos tecidos durante o ciclo de lavagem e enxague durante a lavagem. As microcápsulas da presente invenção também exibem estabilidade aumentada durante os ciclos de lavagem e enxague.

[0086] A elevada estabilidade em longo prazo refere-se à capacidade de um produto de microcápsula a conservar durante um período de tempo (por exemplo, 4 semanas e 8 semanas), pelo menos, 50% em peso de materiais ativos em bases que têm uma tendência para promover a lixiviação do material ativo fora do produto de microcápsula na base. Tal como aqui estabilidade utilizada dos produtos é medida à temperatura ambiente ou acima durante um período de, pelo menos, uma semana. De preferência, as cápsulas da presente invenção são deixadas a ser armazenadas a 37°C durante mais do que cerca de duas semanas e preferencialmente mais do que cerca de quatro semanas. Mais particularmente, uma cápsula é preferencialmente armazenada durante 8 semanas a 37° C, que representam um período de vida útil de 6 a 12 meses de um produto de consumo.

[0087] O sistema da presente invenção contém geralmente maior do que cerca de 10% em peso de água, de preferência superior a cerca de 30% em peso de água e mais preferivelmente maior do que cerca de 50% em peso de água. Em uma outra forma de realização o sistema que contém a combinação de dois ou mais tipos de microcápsulas pode ser pulverização seca por de acordo com o processo descrito no documento US 2007/0078071.

[0088] Materiais bem conhecidos, tais como solventes, tensoativos,

emulsionantes e semelhantes podem ser usados em adição aos polímeros descritos ao longo da invenção para encapsular os materiais ativos, tais como fragrância sem nos afastarmos do escopo da presente invenção. Entende-se que o termo encapsulado é utilizado significar que o material ativo é substancialmente coberto na sua totalidade. A encapsulação pode fornecer vacâncias de poros ou aberturas intersticiais dependendo das técnicas de encapsulação empregadas. Mais de preferência, toda a porção de material ativo da presente invenção é encapsulada.

[0089] De acordo com a invenção, a combinação de dois ou mais tipos de microcápsulas aqui descrita é incorporada em produtos de consumo. Em algumas formas de realização, a combinação de dois ou mais tipos de microcápsulas é fornecida em um produto de consumo a um nível de cerca de 0,1 a cerca de 10% pelo peso total do produto final para consumo. Existem enormes benefícios para a utilização da combinação descrita incluindo fornecendo microcápsulas de elevada estabilidade, uma vida útil mais longa, maior estabilidade durante o transporte e desempenho superior sensorial importante ao longo do tempo, por exemplo, um perfil de liberação linear.

[0090] Acredita-se que existe uma relação entre a elevada concentração de tensoativos na base de produtos de consumo e um efeito de lixiviação aumentado dos materiais ativos encapsulados para fora das microcápsulas e para dentro da base. As bases que são essencialmente não aquosas na natureza, por exemplo, aquelas que se baseiam em álcoois, ou os silicones voláteis podem também lixiviar materiais ativos a partir de cápsulas ao longo do tempo. Silicones voláteis, tais como, mas não limitados a ciclometicona e são exemplificados por SF1256 CYCLOPENTASILOXANE e SF1257 CYCLOPENTASILOXANE (General Electric Company). Silicones voláteis estão em uma série de produtos de cuidados pessoais, tais como antitranspirantes, desodorantes, sprays para cabelo, cremes de limpeza, cremes para a pele, loções e produtos em bastão, óleos de banho, produtos de

bronzeado e de barbear, make-up e esmaltes. Nestes tipos de produtos, o solvente de base sozinho solubiliza o material ativo.

[0091] De acordo com a presente invenção, o sistema é adequado para uma variedade de aplicações, incluindo a lavagem de produtos. Em algumas formas de realização, o sistema proporciona uma primeira cápsula e uma segunda cápsula em uma razão de cerca de 1:9 a cerca de 9:1, de preferência cerca de 1:2 a cerca de 2:1. Em formas de realização particulares, o sistema fornece uma primeira cápsula e uma segunda cápsula em uma razão de cerca de 1:1.

[0092] Lavagem de produtos são entendidos como sendo aqueles produtos que são aplicados durante um determinado período de tempo e, em seguida, são removidos. Estes produtos são comuns em áreas como produtos de lavanderia, e incluem detergentes, amaciadores de tecidos e afins; bem como produtos de cuidado pessoal que incluem xampus, condicionador, cores e corantes de cabelo, lavagens de cabelo, lavagens do corpo, sabões e similares.

[0093] Como aqui descrito, o presente sistema é adequado para utilização em uma variedade de produtos de consumo bem conhecidos, tais como detergente para a roupa e amaciadores de tecidos, detergentes líquidos para a louça, detergentes de prato automáticos, bem como xampus e condicionadores de cabelo. Estes produtos empregam sistemas de tensoativos e emulsionantes que são bem conhecidos. A título de ilustração, o produto de consumo pode incluir entre cerca de 1 e cerca de 75% em peso (por exemplo, cerca de 1 e cerca de 40% em peso) de tensoativo ou emulsionante, ou mais preferivelmente entre 10 e 30% em peso de tensoativo ou emulsionante. Um amaciante de tecido contém cerca de 1 a cerca de 40% em peso (por exemplo, cerca de 1 a cerca de 30% em peso e cerca de 5 a cerca de 20% em peso) de amaciante de tecidos ativo. Por exemplo, os sistemas amaciadores de tecido são descritos nas patentes US N°s 6.335.315, 5.674.832, 5.759.990, 5.877.145,

5.574.179; 5.562.849, 5.545.350, 5.545.340, 5.411.671, 5.403.499, 5.288.417, e 4.767.547, 4.424.134. Detergentes líquidos de prato são descritos nas patentes US N°s 6.069.122 e 5.990.065; produtos de detergente automáticos são descritos nas patentes US Nos. 6.020.294, 6.017.871, 5.968.881, 5.962.386, 5.939.373, 5.914.307, 5.902.781, 5.705.464, 5.703.034, 5.703.030, 5.679.630, 5.597.936, 5.581.005, 5.559.261, 4.515.705, 5.169.552, e 4714562. Detergentes líquidos para a roupa que podem ser usados na presente invenção incluem os sistemas descritos nas patentes US Nos. 5.929.022, 5.916.862, 5.731.278, 5.565.145, 5.470.507, 5.466.802, 5.460.752, 5.458.810, 5.458.809, 5.288.431, 5.194.639, 4.968.451, 4.597.898, 4.561.998, 4.550.862, 4.537.707, 4.537.706, 4.515.705, 4.446.042, e 4.318.818. Xampu e condicionadores que podem empregar a presente invenção incluem aqueles descritos nas patentes US Nos. 6.162.423, 5.968.286, 5.935.561, 5.932.203, 5.837.661, 5.776.443, 5.756.436, 5.661.118, 5.618.523, 5.275.755, 5.085.857, 4.673.568, 4.387.090 e 4.705.681.

[0094] A invenção será ainda descrita nos exemplos seguintes, que não limitam o âmbito da invenção descrita nas reivindicações.

**Exemplo 1: Preparação de microcápsulas contendo fragrância de alta estabilidade**

[0095] Fragrância foi misturada com Neobee-M5 e solução a 40% de etileno ureia formando assim uma composição de fragrância/solvente (Tabela 2). As cápsulas não revestidas foram preparadas através da criação de uma parede polimérica para encapsular as gotículas da composição de fragrância/solvente. Para fazer com que a pasta de cápsula, um copoliacrilamida/acrilato (ALCAPSOL 200) foi disperso em água, juntamente com um agente de reticulação de melamina metilada de elevado teor de imino (CYMEL 385, Cytec Industries, Bélgica) (Tabela 2). Os componentes de cápsula foram deixados reagir sob condições ácidas. A composição de fragrância/solvente foi então adicionada à solução e gotas com o tamanho

desejado foram obtidas por homogeneização de alto cisalhamento.

[0096] Doze cápsulas diferentes foram produzidas. Cápsulas 1-10, que diferiam na composição de fragrância (Tabela 2) e a temperatura/tempo de cura, como mostrado na tabela.

[0097] As cápsulas 11 e 12 foram preparadas seguindo os procedimentos descritos no Exemplo 3 da patente US 8.299.011, exceto que foram utilizadas diferentes fragrâncias.

TABELA 2

Cápsula	Parede da cápsula (% em peso)	Fragrância	Temp. de cura (°C)/tempo (horas)	Componente de núcleo (% em peso)
1	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Jillz	125/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
2	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Greenfields	80/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
3	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Jillz	80/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
4	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Unicap 489	90/1	Fragrância: 28% Óleo Mineral: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
5	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Unicap 101	90/1	Fragrância: 28% Óleo mineral: 7% solução de 40% de licor de ureia: 6,6%
6	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Fresh Response	90/3	Fragrância: 30% Óleo mineral: 7% solução de 40% de licor de ureia: 6.6%
7	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Jillz	90/3	Fragrância: 45% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
8	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Eden	80/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
9	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Express Cap	80/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%
10	ALCAPSOL 200: 5,7% CYMEL 385: 3.1%	Express Cap	80/1	Fragrância: 28% Neobee-M5: 7% solução de 40% de etileno ureia: 5,7%

Cápsula	Parede da cápsula (% em peso)	Fragrância	Temp. de cura (°C)/tempo (horas)	Componente de núcleo (% em peso)
11	Polisureia	LL Cloud	55/2	Fragrância: 32% em peso Neobee-M5: 8% em peso
12	Polisureia	Fruity Bomb	55/2	Fragrância: 32% em peso Neobee-M5: 8% em peso

Todas fragrâncias comercialmente disponíveis de International Flavors & Fragrances Inc.

**TABELA 3**

Fragrância	Óleo com alta pressão de vapor saturado a 23°C (>0.01 mm Hg) [% em peso]	Óleo com baixa pressão de vapor saturado a 23°C (<0.01 mm Hg) [% em peso]
Jillz	81%	18%
Greenfields	53%	46%
Unicap 489	59%	41%
Unicap 101	53%	47%
Fresh Response	53%	47%
Eden	61%	39%
Express Cap	65%	35%
LL Cloud	78%	22%
Fruity Bomb	67%	33%

**Exemplo 2: Preparação de cápsulas contendo amostras de amaciante de tecido**

[0098] Neste exemplo, foi usado um modelo de condicionador de tecido sem fragrância contendo aproximadamente 20% de tensoativos catiônicos quaternários. Nove amostras e dez amostras comparativas foram preparadas seguindo os procedimentos descritos abaixo.

[0099] Na amostra 1 e comparativo 1 e 1', ambas as cápsulas 1 e 2, que tem paredes de invólucro compostas por um copolímero de acrilamida-ácido acrílico reticulados com resina de melamina-formaldeído tal como descrito no Exemplo 1 foram misturadas com o condicionador de tecido modelo separadamente ou em uma razão mostrada na Tabela 4 abaixo. A mistura resultante foi agitada usando um agitador suspenso a 300 rpm até ficar homogênea.

TABELA 4

Amaciante	Cápsula 1 (% em peso)	Cápsula 2 (% em peso)
Comparativo 1	09	0
Amostra 1	0,6	0,3
Comparativa 1'	0,9	0,9

[00100] As amostras de amaciante de tecido foram armazenadas a 5°C ou 37°C por 4, 6 e 8 semanas. Os dados históricos mostram que as amostras armazenadas a 5°C realizam igual a amostras que são preparadas recentemente.

### **Exemplo 3: Desempenho sensorial de microcápsulas no condicionador de tecido modelo**

[00101] As amostras de amaciador de tecido (20 gramas por amostra) preparadas no Exemplo 2 foram introduzidas em uma máquina de lavar roupa de carregador frontal Miele Professional PW6055 Plus, durante o ciclo de enxágue das mesmas para condicionar oito toalhas de mão, no total pesando aproximadamente 2200 g incluindo carga a granel. Após o enxágue, as toalhas úmidas foram avaliadas por um painel sensorial de 16 pessoas utilizando a Escala de Magnitude Rotulada (LMS) de 0 a 99, em que 3 = "quase imperceptível", 7 = "fraco", 16 = "moderada" e 32 = "forte". Pontuações sensoriais foram registradas. Um conjunto de oito toalhas de uma segunda lavagem foram alinhadas secas durante 24 horas, seguido de avaliação sensorial das oito toalhas. As oito toalhas secas selecionadas foram assim avaliadas por um painel de 16 pessoas usando a LMS.

[00102] Pontuações sensoriais foram registradas antes e depois de cada uma das oito toalhas selecionadas aleatoriamente contidas em um saco de polietileno separado foram esfregadas à mão. Cada teste de fricção incluindo esfregando as toalhas cinco vezes, 2 segundos por intervalo de tempo, por um tempo total de 10 segundos de fricção. As pontuações de intensidade absoluta foram obtidas a partir do painel sensorial. Ver a Tabela 5 abaixo. Comparando com as pontuações para amostras armazenadas a 5°C/4 semanas, que executam igual a amostras que são preparadas recentemente, as alterações das

pontuações foram calculadas como (Pontuação para a amostra armazenada a 37°C - Pontuação para a amostra armazenada a 5°C)/Pontuação para a amostra armazenada a 5°C x 100%. As percentagens de alterações foram apresentadas na Tabela 6 abaixo. Uma porcentagem positiva indica que a pontuação foi aumentada e uma percentagem negativa indica que a pontuação diminuiu.

[00103] Em comparação com as amostras obtidas ao fim de 4 semanas a 5°C, em todas as três fases (úmida, pré-esfregar, e pós-esfregar), ambos Comparativo 1 (contendo apenas Cápsula 1) e Comparativo 1' (contendo apenas cápsula 2) tiveram mudanças significativas.

[00104] Inesperadamente, a Amostra 1 da presente invenção mostrou muito menos alterações a umidade quando armazenada a 37°C durante 4 semanas ou 8 semanas. Além disso, esta amostra deu um perfil de liberação linear constante nas diferentes condições de armazenagem prolongadas, quando comparado com a de qualquer dos Comparativo 1 ou 1'.

TABELA 5

Condicionador	5°C (4 semanas)			37°C (4 semanas)			37°C (8 semanas)		
	Úmido	Pré-esfregar	Pós-esfregar	Úmido	Pré-esfregar	Post-Rub	Damp	Pré-esfregar	Pós-esfregar
Comparativo 1'	15,4	13,7	17,0	16,8	9,7	10,2	16,7	8,1	7,9
Amostra 1	13,9	12,5	20,6	13,4	10,3	18,5	13,7	8,9	15,3
Comparativo 1	12,9	8,4	25,3	14,5	13,9	22,7	19,0	9,2	18,7

TABELA 6

Condicionador	37°C (4 semanas)			37°C (8 semanas)		
	Úmido	Pré-esfregar	Pós-esfregar	Damp	Pré-esfregar	Pós-esfregar
Comparativo 1	12,4%	65,5%	-10,3%	47,3%	9,5%	-26,1%
Amostra 1	-3,6%	-17,6%	-10,2%	-1,4%	-28,8%	-25,7%
Comparativo 1'	9,1%	-29,2%	-40%	8,4%	-40,9%	-53,5%

EXEMPLO 4: Sistemas de liberação que contêm óleo de fragrância pura

[00105] Também são preparadas oito amostras (2-9) da presente invenção e oito comparativos (2'-9'), cada uma contendo um óleo de aroma puro.

[00106] Cinco condicionadores de tecido, isto é, as amostras 2-4, 8 e 9, cada uma que foi obtida utilizando o método descrito no Exemplo 2 acima,

exceto que um óleo de fragrância pura e duas cápsulas diferentes foram usadas em percentagens, tal como descrito na Tabela 9 abaixo. Comparativos 2'-4', 8' e 9' foram preparados exatamente da mesma maneira, exceto que uma única cápsula, em vez de duas cápsulas, foi usado.

TABELA 9

Amostra	Formato	ÓLEO PURO% em peso	CAP 4 [% NOE]	CAP 5 [% NOE]	CAP 6 [% NOE]
2	Condicionador de tecido	0,85	0,19	0	0,1
2'	Condicionador de tecido	0,85	0,19	0	0
3	Condicionador de tecido	0,86	0,19	0	0,1
3'	Condicionador de tecido	0,86	0,19	0	0
4	Condicionador de tecido	0,93	0,22	0	0,1
4'	Condicionador de tecido	0,93	0,22	0	0
5	Detergente em pó	0,36	0,26	0	0,1
5'	Detergente em pó	0,36	0,26	0	0
6	Detergente em pó	0,49	0	0,1	0,1
6'	Detergente em pó	0,49	0	0,1	0
7	Detergente em pó	0,54	0,1	0	0,1
7'	Detergente em pó	0,54	0,1	0	0
8	Condicionador de tecido	0,91	0,15	0	0,1
8'	Condicionador de tecido	0,91	0,15	0	0
9	Condicionador de tecido	0,91	0	0,22	0,1
9'	Condicionador de tecido	0,91	0	0,22	0

[00107] Foi avaliado o desempenho destes dez condicionadores de tecidos. Mais especificamente, as amostras de amaciante de tecido (35 gramas por amostra) cada, foram introduzidas separadamente em uma máquina de lavar roupa de carregador frontal Profissional PW6055 Miele Plus, durante o ciclo de lavagem do mesmo para a condição de umas 3 toalhas de mão na pesagem total da carga de lavagem de aproximadamente 2200 gramas, incluindo a carga a granel. Após a lavagem, uma das toalhas úmidas foi avaliada cega por um painel de 3 pessoas em intensidade. Um conjunto de 3 toalhas de uma segunda lavagem, utilizando as mesmas condições de lavagem imediatamente acima foram alinhados secas durante 24 horas. As 3 toalhas secas cada uma foram armazenadas em um saco de polietileno e avaliadas por um painel de 3 pessoas. Pontuações foram registradas antes e depois de cada uma das toalhas foi esfregada à mão. Cada teste de esfregar empregou intervalos de 5 segundos, 2 vezes por intervalo de tempo para um tempo total de 10 segundos de fricção. Um dos seguintes cinco desempenhos foi

designado para cada amostra no Ponto de Compra (a seguir "POP"), umidade, e pós-esfregar: (i) praticamente nenhum desempenho, (ii) desempenho fraco, (iii) desempenho bom, (iv) desempenho muito bom, e (vi) desempenho bom a excelente.

[00108] Inesperadamente, amostras de amaciante de tecido 2-4, 8 e 9 cada um tinha um desempenho razoável em POP e úmido e um desempenho bom a muito bom no pós-esfregar. Por outro lado, Comparativos 2'-4 ', 8' e 9' cada um recebeu uma pontuação de "quase nenhum desempenho" no POP, úmido e seco no pós-esfregar.

[00109] Do mesmo modo, as amostras de alimentação de três detergentes (Amostras 5-7) da presente invenção e três comparativos (5'-7') foram preparadas e avaliadas de acordo com os procedimentos descritos abaixo.

[00110] Para obter amostras 5-7, uma suspensão da cápsula foi fornecida em primeiro lugar usando um óleo de fragrância e duas cápsulas selecionadas a partir de cápsulas 4-6. Ver Tabela 9 acima para as cápsulas e a sua proporção em cada amostra. A suspensão foi adicionada gota a gota para uma base de máquina de lavar de detergente em pó modelo não perfumada. A mistura resultante foi deixada secar durante a noite. Comparativos 5'-7' também foram preparados utilizando uma única cápsula, em vez de duas cápsulas.

[00111] Para avaliar o desempenho, 80 gramas de uma amostra de detergente em pó ou comparativo foi introduzido uma máquina de lavar roupa de carregador frontal Miele Professional PW6055 Plus, durante o ciclo de lavagem principal para lavar 3 toalhas de mão no total de pesagem da carga de lavagem de 2200 gramas, incluindo a carga a granel. Após a lavagem, uma toalha úmida foi avaliada cega por um painel de 3 pessoas na intensidade da fragrância. Mais três toalhas foram lavadas do mesmo modo e secas durante 24 horas. As 3 toalhas secas cada uma foram armazenadas em um saco de

polietileno e avaliadas por um painel de 3 pessoas. Pontuações foram registradas antes e depois de cada uma das toalhas foi esfregada à mão. Cada teste de esfregar empregou intervalos de 5 segundos, 2 segundos por intervalo de tempo para um tempo total de 10 segundos de fricção. Um dos seguintes cinco desempenhos foi atribuído a cada amostra em POP, úmido e pós-esfregar: (i) praticamente nenhum desempenho, (ii) desempenho fraco, (iii) desempenho bom, (iv) desempenho muito bom, e (vi) desempenho excelente.

[00112] Inesperadamente, amostras de detergente em pó 5-7 cada uma teve um bom desempenho no POP, úmido e pós-esfregar seco, em comparação com exemplos comparativos, o que cada um recebeu uma pontuação de "quase nenhum desempenho" para estas três etapas.

#### **Exemplo 5: Sistemas de liberação e desempenho neutralizador de mau cheiro**

[00113] Dois sistemas de liberação desta invenção foram preparados e avaliados para o desempenho de redução de mau cheiro.

[00114] Mais especificamente, amostras 10 e 11 de condicionador de tecido foram obtidas utilizando o procedimento descrito no Exemplo 4 acima com óleo puro de fragrância Blue Energy (comercialmente disponível a partir de International Flavors and Fragrances), e cápsulas de 4 e 6 (preparadas no Exemplo 1). As proporções dos componentes são mostradas na Tabela 10 abaixo. Note que Fragrância Blue Energy não contém um neutralizador de mau cheiro e a fragrância encapsulada na cápsula 6, contém um neutralizador de mau cheiro.

Tabela 10

Condicionador de tecido	Sistema de liberação		
	Energia Azul, % em peso	Cápsula 4, % em peso NOE	Cápsula 6, % em peso NOE
Amostra 10	0,93	0,22	0,1
Amostra 11	0,93	0,19	0,1

[00115] Para avaliar o desempenho de redução do mau cheiro das Amostras 10 e 11, o mau cheiro do suor (0,25-0,3 gramas) foi pulverizado sobre uma toalha felpuda (36 gramas). Foram usadas várias toalhas. Estas

toalhas foram armazenadas em um bêquer grande capeado e deixado durante 16 horas. Controles, ou seja, toalhas felpudas não tratadas também foram mantidas por 16 horas em um bêquer fechado.

[00116] Em uma aplicação de lavar à mão, as toalhas felpudas foram enxaguadas com as Amostras 10 e 11 a uma concentração de 2,5 gramas/l em água a 20°C. Em um litro de água contendo uma amostra, adicionou-se mais duas toalhas felpudas e deixou-se ficar durante 10 minutos. As toalhas foram depois retiradas e passadas através de um espremedor.

[00117] As toalhas felpudas foram avaliadas em papel úmido, bem como sobre seco antes e depois de esfregar por 6 provadores treinados para a intensidade do mau cheiro. Os resultados mostraram que as Amostras 10 e 11 significativamente reduziram o mau cheiro em úmido, pré-esfregar seco e pós-esfregar seco.

#### **Exemplo 6: Sistema de liberação e o seu perfil de liberação**

[00118] Seguindo o procedimento descrito no Exemplo 4, um condicionador de tecido, isto é, a Amostra 12, foi preparada, bem como Comparativos 12 e 12'. A Amostra 12 continha 0,5% em peso (equivalente de óleo puro) de Fragrância Jillz encapsulada um sistema de liberação da presente invenção, ou seja, uma combinação de Cápsulas 2 e 7, Comparativo 12 continha 0,5% em peso (NOE) de Jillz encapsulada na Cápsula 2, e Comparativo 12' continha 0,5% em peso (NOE) de Jillz encapsulado na Cápsula 7.

[00119] Estes condicionadores de tecido foram então avaliados direito depois de ter sido preparados e depois de ter sido armazenados a 37°C durante 4 semanas. Mais especificamente, um condicionador de tecido (100 g de Amostra 12, Comparativo 12, ou Comparativo 12') foi introduzido em uma máquina de lavar US de carregamento de topo durante o ciclo de enxágue para condição de 8 toalhas de mão com uma carga de lavagem total de 2200 gramas, incluindo carregamento em massa. Depois de ser enxaguada, as

toalhas úmidas foram avaliadas por um painel sensorial de 16 pessoas utilizando a Escala de Magnitude Rotulada (LMS) de 0 a 99, em que 3 = "dificilmente detectável", 7 = "fraca", 16 = "moderada", e 32 = "forte", pontuações sensoriais foram registradas. Outro conjunto de oito toalhas de uma segunda lavagem foram secas por calor e, em seguida, avaliadas da mesma forma antes e depois de esfregar. Pontuações sensoriais foram gravadas e sumarizadas na Tabela 11 abaixo.

TABELA 11

Amaciante de tecido	Recentemente preparado			37°C (4 semanas)		
	Úmido	Pré-esfregar	Pós-esfregar	Úmido	Pré-esfregar	Pós-esfregar
Comparativo 12	8,3	3,8	10,8	11,2	7,2	12,2
Amostra 12	6	3,5	13,1	9,55	7,7	15,6
Comparativo 12'	4,3	4,7	13	4,89	4,3	13,9

[00120] Comparativo 12 deu uma boa pontuação em úmido e Comparativo 12' deu uma boa pontuação no pós-esfregar seco. Inesperadamente, a Amostra 12 da presente invenção tem uma pontuação de umidade mais elevada do que Comparativo 12' e uma pontuação mais elevada de pós-esfregar seco do que Comparativo 12. Assim, a Amostra 12 proporciona um perfil de liberação mais equilibrado quando preparado recentemente ou armazenado a 37°C durante 4 semanas.

#### **EXEMPLO 7: Sistemas de liberação contendo uma cápsula de poliureia**

[00121] As cápsulas 11 e 12 têm cada uma, uma parede da cápsula de poliureia. Ver o Exemplo 1 acima. Seguindo o procedimento descrito no Exemplo 4, dois condicionadores de tecido, isto é, a Amostra 13 e 14, forma preparadas, juntamente com Comparativos 13, 13', e 14. Todos os condicionadores de tecido continham óleo da fragrância pura Blue Energy.

[00122] Amostra 13 foi formada pela Cápsula 8 (0,15% em peso NOE) e Cápsula 11 (0,45% em peso NOE). Ver Tabela 12 abaixo. Comparativos 13 e 13' cada um continha Cápsula 11 e uma quantidade diferente de óleo puro.

TABELA 12

Condicionador de tecido	Blue Energy (% em peso)	Cápsula 8 (% em peso NOE)	Cápsula 11 (% em peso NOE)
Comparativo 13	0,76	0	0,31
Comparativo 13'	0,3	0	0,6
Amostra 13	0,3	0,15	0,45

[00123] Amostra 13, e os dois comparativos foram avaliados seguindo o mesmo procedimento descrito no Exemplo 6 acima. As pontuações foram registradas e as alterações foram calculadas como apresentado na Tabela 13 abaixo.

TABELA 13

Condicionador de tecido	Inicial		4 semanas a 37°C		
	Pré-esfregar	Pós-esfregar	Pré-esfregar	Alteração	Pós-esfregar
Comparativo 13	13,8	17,6	6,8	50,7%	13,4
Comparativo 13'	15	20,1	7,8	48,0%	14,1
Amostra 13	14,5	19,6	9,7	33,1%	16

[00124] Inesperadamente, condicionador de tecido Amostra 13 foi mais estável do que Comparativos 13 e 13', evidenciado pelo menos alteração dos resultados depois de armazenada a 37°C durante 4 semanas.

[00125] Amostra 14 foi formada de fragrância Blue Energia (0,16% em peso), Cápsula 9 (0,07% em peso de NOE), Cápsula 10 (0,05% em peso de NOE), e Cápsula 12 (0,25% em peso de NOE). Comparativo 14 continha Blue Energy (0,7% em peso) e Cápsula 12 (0,12% em peso de NOE).

[00126] Amostra 14 e Comparativo 14 foram avaliados seguindo o mesmo procedimento descrito no Exemplo 6. Os resultados são mostrados na Tabela 14 abaixo.

TABELA 14

Condicionador de tecido	Recentemente preparado	
	Pré-esfregar	Pós-esfregar
Comparativo 14	19,8	25,4
Amostra 14	22,2	29,2

[00127] Amostra 14, contendo 3 cápsulas, tiveram pontuações mais elevadas de pré e pós-esfregar, em comparação com a do Comparativo 14, contendo apenas uma cápsula.

## OUTRAS FORMAS DE REALIZAÇÃO

[00128] Todas as características reveladas neste relatório descritivo

podem ser combinadas em qualquer combinação. Cada característica descrita neste relatório descritivo pode ser substituída por uma característica alternativa servindo a mesma, equivalente ou semelhante finalidade. Assim, a menos que expressamente indicado em contrário, cada característica revelada é apenas um exemplo de uma série genérica de características equivalentes ou semelhantes.

[00129] De fato, para atingir o objetivo de um sistema de liberação de cápsulas, um perito na técnica pode utilizar diferentes cápsulas para conseguir perfis organolépticos ou de liberação desejáveis em um produto de consumo. Além disso, as proporções entre estas cápsulas também podem ser determinadas por um perito na técnica através de ensaios conhecidos na técnica para preparar sistemas de liberação com propriedades desejáveis.

[00130] A partir da descrição acima, um especialista na técnica pode facilmente determinar as características essenciais da presente invenção, e sem se afastar do espírito e âmbito da mesma, pode fazer várias alterações e modificações da invenção para adaptá-la a várias utilizações e condições. Assim, outras formas de realização estão também no âmbito das reivindicações.

## REIVINDICAÇÕES

1. Sistema de dispensação de cápsula, caracterizado pelo fato de que compreende uma primeira cápsula contendo uma primeira parede da cápsula encapsulando um primeiro material ativo e uma segunda cápsula contendo uma segunda parede da cápsula encapsulando um segundo material ativo, em que a primeira cápsula é curada acima de 120 °C e a segunda cápsula é curada entre 75 °C e 99 °C, em que cada um dos primeiro e segundo materiais ativos é uma fragrância e em que cada uma das primeira e segunda paredes da cápsula são formadas de co-poliacrilamida / acrilato e agente de reticulação de melamina metilada.

2. Sistema de dispensação de cápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende ainda uma partícula de amido que contém uma fragrância.

3. Sistema de dispensação de cápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que

a primeira cápsula contém uma primeira fragrância como o primeiro material ativo, 50 a 100% em peso do qual tem uma pressão de vapor saturado em 23 °C de 0,01 mm Hg ou superior, e

a segunda cápsula contém uma segunda fragrância como o segundo material ativo, 20 a 100% em peso do qual tem uma pressão de vapor saturado em 23 °C de 0,01 mm Hg ou superior.

4. Sistema de dispensação de cápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o primeiro ou segundo material ativo compreende adicionalmente um neutralizador de maus odores.

5. Sistema de dispensação de cápsula de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o neutralizador de mau cheiro é um butirato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, acetato de 1-ciclo-hexiletan-1-ila, 1-ciclo-hexiletan-1-ol, propionato de 1-(4'-metiletil)ciclo-hexiletan-1-ila, 2'-hidroxi-1'-etyl(2-fenoxy)acetato ou uma combinação dos mesmos.

6. Sistema de dispensação de cápsula de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente uma terceira cápsula, uma quarta cápsula, uma quinta cápsula, uma sexta cápsula ou uma sétima cápsula.

7. Produto de consumo, caracterizado pelo fato de que compreende um sistema de dispensação de cápsula como definido na reivindicação 1.

8. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o produto de consumo é um condicionador de tecido, detergente, pulverizador de tecido, produtos de lavagem pessoal, produtos para cuidado doméstico, sabonete líquido, xampu, condicionador sem enxágue ou condicionador com enxágue.

9. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o produto de consumo é um condicionador de tecido ou detergente, o condicionador de tecido contendo de 1 a 30% em peso de um ativo condicionador de tecido, e o detergente contendo de 1 a 75% em peso de tensoativo detergente.

10. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o produto de consumo é um condicionador de tecido contendo de 5 a 10% em peso de um ativo condicionador de tecido.

11. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o produto de consumo é um condicionador de tecido contendo de 8 a 15% em peso de um ativo condicionador de tecido.