



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) PI0616766-7 A2



(22) Data de Depósito: 25/09/2006
(43) Data da Publicação: 28/06/2011
(RPI 2112)

(51) Int.CI.:
C11D 17/00 2006.01
C11D 3/50 2006.01
C11D 3/20 2006.01
C11D 3/18 2006.01
C11D 7/24 2006.01
C11D 7/26 2006.01

(54) Título: **PRODUTO DE CONSUMO, E, MÉTODOS PARA LIMPAR, PARA LAVAR TECIDO E PARA FAZER UM PRODUTO DE CONSUMO**

(30) Prioridade Unionista: 27/09/2005 US 60/720861

(73) Titular(es): CHEMITECH, INC., THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

(72) Inventor(es): An Pintens, Johan Smets, Radhakrishnan Nair, Takashi Iwasaki, Takuya Yasuhara

(74) Procurador(es): Momsen, Leonards & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT US2006037609 de 25/09/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/038570 de 05/04/2007

(57) Resumo: PRODUTO DE CONSUMO, E, METODOS PARA LIMPAR, PARA LAVAR TECIDO E PARA FAZER UM PRODUTO DE CONSUMO. Uma microcápsula que é capaz de reter estavelmente um agente de benefício tal como uma substância volátil por um período prolongado, e que também é adequada para encapsular fragrâncias e outros. Tal cápsula encapsula uma mistura que compreende uma substância volátil, e um aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil, em que a mistura exibe uma faixa de ponto de fusão, e uma porção, ou toda desta, faixa de ponto de fusão cai dentro de uma faixa de - 20° a 60°C. A presente invenção também diz respeito a produtos de consumo incluindo composições de limpeza e/ou tratamento que compreendem tais microcápsulas e processos de fabricar e usar as mesmas.

“PRODUTO DE CONSUMO, E, MÉTODOS PARA LIMPAR, PARA
LAVAR TECIDO E PARA FAZER UM PRODUTO DE CONSUMO”

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a uma microcápsula que encapsula uma substância volátil tal como uma fragrância e um método de produzir uma tal microcápsula. A presente invenção também diz respeito a produtos de consumo que compreendem tais microcápsulas e processos de fabricar e usar as mesmas.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Vários agentes de benefício, tais como fragrâncias, são caros e/ou difíceis de liberar como líquidos puros visto que eles exibem alta volatilidade e rapidamente perdem seu aroma se deixados expostos à atmosfera. Como um resultado, as fragrâncias têm sido microcapsuladas. Isto é, seladas dentro de uma cápsula, para permitir que o aroma seja retido. Entretanto, mesmo se um agente de benefício tal como uma fragrância altamente volátil é selado dentro de uma microcápsula, a fragrância ainda pode escapar através de fissuras dentro da parede celular das microcápsulas. Assim, a armazenagem de longa duração, particularmente na presença de outros materiais, é um problema. Uma técnica descrita na Publicação Japonesa Aberta ao Pùblico Nº Hei 9-911, em que uma substância volátil é encapsulada pela incorporação dentro de uma resina de poliuretano igual a gel, tenta resolver este problema. Nesta técnica, durante o processo de encapsulação, um polifuncional isocianato e um poliol são reagidos entre si para produzir um resina de poliuretano igual a gel e a substância volátil é incorporada dentro desta resina de poliuretano. Assim, embora não se esteja ligado pela teoria, acredita-se que a liberação da substância volátil do núcleo da cápsula é suprimido. Infelizmente tal técnica utiliza isocianato que pode produzir um odor irritante que prejudica os agentes de benefício, particularmente a aroma da fragrância. Além disso, melhora também é

desejável em termos do fato de que a proporção da resina de poliuretano no material encapsulado no núcleo é muito alta em relação à quantidade da substância volátil alvo. Uma tal microcápsula melhorada é particularmente desejável visto que os consumidores tipicamente associam o odor de um artigo limpo ou tratado com o grau de limpeza ou frescor de tal artigo.

Consequentemente, a presente invenção fornece uma microcápsula que é capaz de reter estavelmente uma substância volátil por um período prolongado, na presença de outros materiais, tais como formulações de produto de consumo. Tal microcápsula é particularmente adequada para encapsular fragrâncias e outros, além disso, os produtos de consumo, incluindo composições de limpeza e/ou tratamento que contêm as microcápsulas anteriormente mencionadas e os processos de fabricar e usar as mesmas são divulgados

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a uma microcápsula que encapsula uma mistura que compreende uma substância volátil e um aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil, em que a mistura exibe uma faixa de ponto de fusão e uma porção, ou toda, da faixa de ponto de fusão cai dentro de uma faixa de -20 a 60°C.

Um outro aspecto da presente invenção diz respeito a um método de produzir a microcápsula de acordo com o aspecto acima da presente invenção, que compreende: preparar uma emulsão da mistura compreendendo a substância volátil e o aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil; e adicionar um material membranoso à emulsão e conduzir uma polimerização, formando deste modo uma microcápsula que encapsula a mistura.

A presente invenção também diz respeito a produtos de

consumo incluindo composições de limpeza e/ou tratamento que compreende tais microcápsulas e processos de fabricar e usar as mesmas.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Definições

5 Como aqui usado produtos de consumo incluem artigos e composições de limpeza e tratamento.

Como aqui usado, o termo “composições de limpeza e/ou tratamento” inclui, a menos que de outro modo indicado, agentes de lavagem na forma de pó ou granular para todos os propósitos ou de “limpeza pesada”, 10 especialmente detergentes de lavagem de roupa; agentes de lavagem na forma de líquido, gel ou pasta para todos os propósitos, especialmente os chamados tipos líquidos de limpeza pesada; detergentes líquidos para tecido fino; agentes de lavagem de louça manual ou agentes de lavagem de louça de limpeza leve, especialmente aqueles do tipo de alta espumação; agentes de 15 lavagem de louça à máquina, incluindo os vários tipos em tablete, granulares, líquidos e auxiliares de enxágüe para uso doméstico e institucional; agentes líquidos de limpeza e desinfecção, incluindo tipos de lavagem de mão antibacterianos, barras de lavagem de roupa, enxágües bucais, limpadores de dentadura, xampus automotivos e de carpete, limpadores de banheiro; xampus 20 capilares e enxágües capilares; géis de banho e espumas de banho e limpadores de metal; assim como auxiliares de limpeza tais como aditivos tipos de branqueamento e “fixação de cor” ou pré tratamento.

Como aqui usado, a frase “é independentemente selecionado do grupo que consiste de” significa que porções ou elementos que são 25 selecionados do grupo de Markush aludido podem ser os mesmos, pode ser diferentes ou qualquer mistura de elementos.

Como aqui usado, os artigos “um” e “uma” quando usados no relatório descritivo ou uma reivindicação, são entendidos significar um ou mais do que é reivindicado ou descrito.

Os métodos de teste divulgados na Seção métodos de teste do presente pedido devem ser usados para determinar os respectivos valores dos parâmetros de invenções do Requerente.

A menos que de outro modo mencionado, todos os 5 componentes ou níveis de composição são em referência ao nível ativo deste componente ou composição e são exclusivos de impurezas, por exemplo, solventes residuais ou subprodutos, que podem estar presentes em fontes comercialmente disponíveis.

Todas as porcentagens e razões são calculadas em peso a 10 menos que de outro modo indicado. Todas as porcentagens e razões são calculadas com base na composição total a menos que de outro modo indicado.

Deve ser entendido que cada limitação numérica máxima dada por todo este relatório descritivo inclui cada limitação numérica mais baixa, 15 como se tais limitações numéricas mais baixas fossem expressamente aqui escritas. Cada limitação numérica mínima dada por todo este relatório descritivo incluirá cada limitação numérica mais alta, como se tais limitações numéricas mais altas fossem expressamente aqui escritas. Cada faixa numérica dada por todo este relatório descritivo incluirá cada faixa numérica 20 mais estreita que caia dentro de tal faixa numérica mais ampla, como se tais faixas numéricas mais estreitas fossem todas expressamente aqui escritas.

Todos os documentos citados na Descrição Detalhada da Invenção são, na parte relevante, incorporada aqui por referência; a citação de qualquer documento não deve ser interpretada como uma admissão de que o 25 mesmo fosse técnica anterior com respeito à presente invenção. Até o grau em que qualquer significado ou definição de um termo neste documento escrito entre em conflito com qualquer significado ou definição do termo em um documento incorporado por referência, o significado ou definição designados para o termo neste documento escrito deve governar.

Microcápsulas

Em uma microcápsula com substância volátil encapsulada de acordo com a presente invenção, uma mistura é formada no núcleo em que o aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil é mutualmente dissolvido com a substância volátil. Pela formação de uma mistura da substância volátil e do aditivo desta maneira, o ponto de fusão, ponto de ebulação e temperatura de volatilização da substância volátil são ajustados, permitindo que a volatilidade da substância volátil seja suprimida em níveis baixos.

Como um resultado, a liberação da substância volátil dentro da microcápsula é suprimida, permitindo a retenção estável e liberação prolongada da substância volátil em um período prolongado.

Além disso, porque a faixa de aditivos possíveis é ampla, um aditivo pode ser selecionado de acordo com as propriedades da substância volátil. Por exemplo, um aditivo inodoro pode ser selecionado no caso de uma fragrância, significando que é possível formar uma imensa variedade de substâncias encapsuladas.

Uma microcápsula de acordo com a presente invenção (a seguir aludida também simplesmente como uma “cápsula”) encapsula uma mistura (a seguir também aludida como o “material encapsulado” ou “material de encapsulação”) que compreende uma substância volátil e um aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil.

Porque a substância volátil e o aditivo são capazes de sofrer dissolução mútua, a mistura existe como uma substância homogênea das duas substâncias. Esta mistura exibe uma faixa de ponto de fusão (T_1-T_2 , em que $T_1 < T_2$) e uma porção, ou toda desta faixa de ponto de fusão cai dentro de uma faixa de -20 a 60°C. Isto inclui aqueles casos onde pelo menos um, ou talvez ambos, da temperatura de limite inferior T_1 e a temperatura de limite

superior T2 desta faixa de ponto de fusão cai dentro da faixa de -20 a 60°C e aqueles casos onde a faixa de ponto de fusão T1-T2 é mais ampla do que a faixa de -20 a 60°C e inclui a faixa inteira de -20° a 60°C.

Em outras palavras, os casos possíveis incluem (1) $T_1 < -20^\circ\text{C} < T_2 < 60^\circ\text{C}$ (em que apenas T2 cai dentro da faixa especificada), (2) $-20^\circ\text{C} < T_1 < T_2 < 60^\circ\text{C}$ (em que tanto T1 quanto T2 caem dentro da faixa especificada), (3) $-20^\circ\text{C} < T_1 < 60^\circ\text{C} < T_2$ (em que apenas T1 cai dentro da faixa especificada e (4) $T_1 < -20^\circ\text{C} \text{ e } 60^\circ\text{C} < T_2$ (em que T1-T2 inclui a faixa inteira especificada de -20 a 60°C).

Incluindo o ponto de fusão (T3) da substância volátil e o ponto de fusão (T4, em que $T_3 < T_4$) do aditivo, produz as relações $T_3 < T_1 < T_2 < T_4$.

Dentro desta faixa de ponto de fusão (T1-T2), a mistura adota um estado em que sólido e líquido coexistem. Nesta descrição, este estado é aludido como um estado “semi-sólido”. Em outras palavras, a faixa de ponto de fusão descrita acima é a faixa de temperatura acima da qual a mistura existe como um semi-sólido.

Nas temperaturas mais altas do que T2, (a) a mistura é uma solução homogênea (líquida). Quando a temperatura é gradualmente diminuída a menos do que T2, (b) um sólido começa a gradualmente precipitar da solução, produzindo um estado semi-sólido. Conforme a temperatura é ainda mais diminuída, (c) a porção de sólido gradualmente aumenta, (d) a fluidez cai, produzindo um estado equivalente a sorvete e depois (e) a mistura inteira desenvolve rigidez. Finalmente, quando a temperatura cai abaixo de T1, (f) a mistura torna-se completamente sólida. Diminuindo-se gradualmente a temperatura desta maneira, o estado da mistura pode ser mudada (a) \rightarrow (b) \rightarrow (c) \rightarrow (d) \rightarrow (e) \rightarrow (f) e o termo “semi-sólido” refere-se a todos estes estados exceto para (a) e (f).

T2 refere-se à temperatura na qual o material sólido, não

importa quão pequeno, começa a tornar-se visível dentro do líquido (a temperatura na qual a inspeção visual não mais revela um líquido livre de sólidos). T1 refere-se à temperatura na qual a fluidez desaparece (ou a temperatura na qual a fluidez começa). A existência ou ausência de fluidez é determinada levando-se uma vareta de vidro cilíndrica com um diâmetro transversal de 7 mm (em que a ponta da vareta foi cortada na transversal para gerar uma face de extremidade plana) em contato perpendicular com a superfície de uma mistura dentro de um recipiente (um béquer de 100 ml), aplicando uma carga de 700 gf e observando se a ponta da vareta de vidro penetra ou não dentro da mistura. Consequentemente, T1 refere-se à temperatura na qual a vareta de vidro não é mais capaz de penetrar (ou a temperatura na qual a vareta é primeiro capaz de penetrar) a mistura.

As medições de T2 e T1 são conduzidas convertendo-se primeiro a mistura em um líquido e depois observando as mudanças no estado conforme a temperatura fosse gradualmente diminuída.

Embora o sólido que primeiro começa a precipitar conforme a temperatura é gradualmente diminuída compreenda predominantemente o componente de ponto de fusão mais alto, a saber o aditivo, é considerado que o sólido também incorpora uma porção da substância volátil. É considerado que conforme a temperatura é diminuída, a proporção da substância volátil dentro do sólido aumenta, ao contrário, embora a fase líquida dentro do semi-sólido compreende principalmente a substância volátil, é considerado que o líquido também incorpora uma porção do aditivo, em outras palavras, embora as proporções do componente sólido e do componente líquido dentro do semi-sólido e as respectivas composições dos dois componentes variem dependendo da temperatura, acredita-se que o fato do componente sólido e do componente líquido co-existirem dentro da faixa de ponto de fusão permite que a estabilidade da substância volátil seja melhorada.

A faixa de ponto de fusão para as substâncias puras é

usualmente muito estreita, ao passo que a faixa de ponto de fusão para misturas é freqüentemente muito mais ampla, no caso de misturas de substâncias com uma diferença maior nos pontos de fusão, faixas de ponto de fusão ainda mais amplas podem ser obtidas. Na presente invenção, a própria substância volátil é freqüentemente uma mistura de compostos orgânicos com pontos de fusão diferentes e a adição do aditivo produz uma mistura de ainda mais compostos, significando que uma mistura com uma faixa de ponto de fusão mais ampla é obtida.

A ampliação da faixa de ponto de fusão para a mistura desta maneira é vantajosa na presente invenção, no estado semi-sólido, um equilíbrio é mantido entre a volatilização e retenção da substância volátil, permitindo que tanto a volatilização quanto a retenção seja obtida em um equilíbrio favorável. De modo a suprimir a volatilidade da substância volátil, uma porção, ou toda, da faixa de ponto de fusão para a mistura deve cair dentro de uma faixa de -20 a 60°C e preferivelmente cai dentro de uma faixa de -10 a 55°C. Além disso, casos em que uma porção, ou toda, da faixa de ponto de fusão para a mistura cai dentro de uma faixa de 0 a 50°C, que representa a faixa de temperatura na qual a vida humana normal é conduzida, é ainda mais desejável. A razão para esta desejabilidade é que se a temperatura do limite superior T2 para o estado de semi-sólido é mais baixa do que 0°C, então o material encapsulado que compreende a substância volátil será líquida sob condições de uso normais, aumentando o risco de que a volatilidade será incapaz de ser adequadamente suprimida, ao passo que ao contrário, se a temperatura do limite inferior T1 para o estado semi-sólido excede 50°C, então o material encapsulado que compreende a substância volátil será completamente sólido sob as condições de uso normais, aumentando o risco de que a volatilidade será excessivamente suprimida, significando que o efeito da substância volátil não se manifestará adequadamente.

Além disso, se a temperatura de limite superior T2 para a faixa de ponto de fusão for 60°C ou mais baixa, de modo que a mistura seja líquida nas temperaturas que excedem 60°C, então um outro benefício é obtido em que quando um método de polimerização *in situ* é selecionado como o método de microencapsulação descrito abaixo, a encapsulação pode ser facilmente completada a uma temperatura de 60 a 80°C.

Em outras palavras, casos em que a faixa de ponto de fusão satisfaz (1) $T_1 < -20^\circ\text{C} < T_2 < 60^\circ\text{C}$, ou (2) $-20^\circ\text{C} < T_1 < T_2 < 60^\circ\text{C}$ são preferidos. Alternativamente, T2 está preferivelmente dentro de uma faixa de 40 a 60°C e ainda mais preferivelmente de 40 a 55°C e o mais preferivelmente de 40 a 50°C.

Por outro lado, a temperatura de limite inferior T1 para a faixa de ponto de fusão é preferivelmente de 30°C ou mais baixo e ainda mais preferivelmente de 20°C ou mais baixo e o mais preferivelmente de 10°C ou mais baixo. Embora não exista nenhum limite mais baixo particular para T1, considerando as condições de uso normal e a necessidade para se obter a faixa de ponto de fusão requerida, os valores T1 de pelo menos -10°C são suficientes e os valores de -20°C ou maiores são bastante satisfatórios. Além disso, a diferença entre T1 e T2 (a faixa de ponto de fusão) é preferivelmente de pelo menos aproximadamente 10°C e preferivelmente de pelo menos aproximadamente 20°C, ainda mais preferivelmente de pelo menos aproximadamente 30°C, ainda mais preferivelmente de pelo menos aproximadamente 40°C e é mais preferivelmente de 50°C ou maior.

Na presente invenção, além do efeito de liberação prolongada obtido como um resultado da microencapsulação, o fato de que o material encapsulado está em um estado semi-sólido permite que a estabilidade de armazenagem e liberalidade prolongada da substância volátil sejam dramaticamente melhoradas.

Além disso, porque o material encapsulado é um semi-sólido,

a resistência da membrana em relação à pressão externa pode ser aumentada comparada com o caso de um material líquido. Como um resultado, um cápsula de resistência adequada pode ser formada mesmo se a proporção da cápsula responsável pelo material da membrana (o material celular ou o material de parede) é reduzida e a proporção do material encapsulado é aumentado.

No geral quando microcápsulas são dispersadas dentro de um solvente líquido tal como uma tinta líquida, um cosmético líquido, ou um agente de limpeza líquido ou coisa parecida, existe um risco de que o solvente que passa através da membrana da cápsula e que penetra o interior da cápsula pode causar uma deterioração na estabilidade da substância volátil. Além disso, naqueles casos onde o material encapsulado é um líquido, o material encapsulado é propenso a passar através da membrana da cápsula e ser eluído dentro da fase externa.

Ao contrário, na presente invenção, a substância volátil é incorporada dentro de uma mistura no estado semi-sólido, significando que as propriedades da substância volátil podem ser estavelmente mantidas, mesmo sob este tipo de ataque por um solvente externo e a eluição do material encapsulado na fase externa pode ser evitada, fornecendo assim estabilidade melhorada em relação à fase externa da cápsula.

Além disso, porque uma porção da substância volátil de custo alto pode ser substituída com um aditivo de custo comparativamente baixo dentro do material encapsulado, a presente invenção também é vantajosa de uma perspectiva de custo.

Os exemplos de substâncias voláteis adequadas incluem uma variedade de reagentes (ingredientes ativos) que exibem volatilidade, incluindo as várias fragrâncias, óleos essenciais com base em plantas, desodorantes, desodorizadores, repelentes, repelentes de inseto, inseticidas e produtos químicos agrícolas e a presente invenção é adequada para qualquer

um destes materiais quando é importante permitir o efeito do ingrediente ativo manifestar-se em um período prolongado. Combinações de duas ou mais destas substâncias voláteis também podem ser usadas.

Os exemplos específicos de fragrâncias adequadas incluem
 5 fragrâncias naturais com base me animal e planta tais como almíscar, algália, castóreo, rosa, jasmim, laranja, lavanda, sândalo, canela, alecrim, limão, íris, violeta, lírio do vale, lírio, lima, baunilha e hortelã; versões sintéticas destas fragrâncias naturais; e fragrâncias sintéticas tais como lilás, cravo, cosmos, amarílis, oliva odorífera, tulipa, roseira brava, rosa crespa, sasanqua, cardo,
 10 camélia, salva, jacinto, crisântemo, cedro, buquê, cidra, *kabosu*, café, caril, alho, cogumelo matsutake, banana, chocolate, iogurte, melão, carne bovina, tempero e bife.

Destas, as fragrâncias oleosas são preferidas e as fragrâncias tais como laranja, uva, toranja, maçã, morango, abacaxi, pêssego, melão,
 15 lima, arando, limão, hortelã, lavanda, eucalipto, rosa, alecrim, lírio do vale, lírio, frésia, cipreste e cedro branco são particularmente preferidos.

Os exemplos de óleos essenciais com base em planta adequados (óleos essenciais naturais) incluem eucalipto, laranja, lavanda, limão, capim limão, hortelã, chá, pau rosa, citronela, alecrim, *ylang-ylang*, bergamota manjerona, murta, camomila, *neroli*, jasmim, canela, gengibre, tomilho, palmarosa, erva-doce, lima, majericão, patchuli, pimenta do reino e rosa absoluta.

Exemplos de repelentes e repelentes de inseto adequados incluem capsaicina, óleo de hortelã, eucalipto, cipreste, cedro branco, óleo de mentol, isotiocianato de alila, salicilato de metila, salicilato de etila e vanilamida do ácido nonílico.

Os exemplos de desodorantes e desodorizadores adequados incluem ésteres de ftalato, ésteres de fosfato, extratos de óleo com base em planta e desodorizadores com base em terpeno.

Os exemplos de produtos químicos agrícolas adequados incluem fenitrotion, metil paration, paration, diazinon, warfarina, alaclor, piretrin, cicloeximida, setóxidim e triflumizol.

Os exemplos de inseticidas adequados incluem permetrin, 5 compostos de piretróide e fipronil.

Não existem restrições particulares sobre o aditivo, contanto que o mesmo tenha um ponto de fusão T4 que seja mais alto do que o ponto de fusão T3 da substância volátil (a saber, $T3 < T4$), é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil encapsulada e na dissolução, é 10 capaz de formar uma mistura com um ponto de fusão que caia dentro de uma faixa de - 20 a 60°C.

Por exemplo, contanto que o aditivo seja um composto com 15 um ponto de fusão T4 que caia dentro de uma faixa de 25 a 200°C, a preparação de uma mistura com a substância volátil para a qual uma porção, ou toda, da faixa de ponto de fusão (T1-T2) cai dentro da faixa acima é comparativamente simples e consequentemente tais aditivos são preferidos. Se o aditivo tem um ponto de fusão mais alto do que 200°C, então a dissolução com a substância volátil pode se tornar difícil, dependendo da natureza da substância volátil.

20 De acordo com as condições de uso para as microcápsulas, os compostos com um ponto de fusão T4 que caem dentro de uma faixa de 40 a 120°C, ou ainda mais preferivelmente de 50 a 100°C, são particularmente desejáveis.

Em termos das propriedades gerais do aditivo, o próprio 25 aditivo preferivelmente não tem nenhum odor ou muito pouco odor, de modo que nestes casos onde uma fragrância é encapsulada como a substância volátil, o aditivo não comunica as características da fragrância, além disso, o uso de compostos que são instáveis sob calor e luz também é preferido.

A partir dos pontos de vista de capacidade de trabalho durante

a microencapsulação e solubilidade na substância volátil, no geral, o aditivo é preferivelmente um composto lipofílico (com baixa solubilidade em água).

Especificamente, os compostos que contêm um grupo hidroxila e/ou um grupo carboxila são preferidos e o uso de alcoóis, ácidos carboxílicos ou hidróxi ácidos com pontos de fusão dentro da faixa de 25 a 200°C é particularmente desejável. Alternativamente, o uso de parafina (hidrocarbonetos de parafina) também é desejável, além destes compostos, os compostos poliméricos (tais como plásticos e borracha não vulcanizada) que são capazes de dissolução na substância volátil também podem ser usadas.

Estes aditivos podem ser usados sozinhos ou em combinações de dois ou mais compostos diferentes.

Os exemplos específicos de alcoóis adequados incluem alcoóis alifáticos superiores de cadeia reta ou cadeia ramificada com 12 ou mais átomos de carbono, tais como álcool laurílico, álcool miristílico, álcool palmitílico, álcool cetílico, álcool estearílico, 2-octildodecanol e álcool beenílico. Os alcoóis mistos produzidos misturando-se dois ou mais destes alcoóis também podem ser usados.

Alternativamente, misturas de um ou mais destes alcoóis de 12 ou mais átomos de carbono e um ou mais alcoóis alifáticos com menos do que 12 átomos de carbono também podem ser usados favoravelmente.

Além disso, o álcool alifático também pode ser um derivado de um ácido sulfônico ou ácido fosfórico ou um derivado que contenha um halogênio, nitrogênio, enxofre ou fósforo ou coisa parecida.

Tanto os ácidos carboxílicos alifáticos quanto os ácidos carboxílicos aromáticos podem ser usados como o ácido carboxílico e os exemplos específicos de ácidos adequados incluem ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido beênico, ácido esteárico, ácido araquídico, ácido ligançérico, ácido crotônico, ácido elaiídico, ácido erúcico, ácido nervônico, ácido benzólico e ácido metilbenzólico.

Um exemplo de um hidróxi ácido adequado é o ácido salicílico.

Os compostos de parafina adequados incluem misturas contendo hidrocarbonetos com 20 ou mais átomos de carbono. Estas misturas 5 também podem incluir hidrocarbonetos com menos do que 20 átomos de carbono.

Não existe nenhuma restrição particular sobre a razão entre a substância volátil e o aditivo dentro da mistura e esta razão é preferivelmente ajustada de acordo com os pontos de fusão dos dois materiais. Por exemplo, 10 naqueles casos onde o ponto de fusão do aditivo é relativamente alto em relação ao ponto de fusão e o ponto de ebulação da substância volátil (ou aqueles casos onde o ponto de fusão e o ponto de ebulação da substância volátil é relativamente baixo em relação ao ponto de fusão do aditivo; em outras palavras, aqueles casos onde $T_4 - T_3$ é maior), a quantidade de mistura 15 do aditivo requerido para garantir que o ponto de fusão da mistura caia dentro da faixa de temperatura especificada é comparativamente pequena. Ao contrário, naqueles casos onde o ponto de fusão do aditivo é relativamente baixo em relação ao ponto de fusão e o ponto de ebulação da substância volátil (ou aqueles casos onde o ponto de fusão e o ponto de ebulação da substância 20 volátil são relativamente altos em relação ao ponto de fusão do aditivo; em outras palavras, aqueles casos onde $T_4 - T_3$ é pequeno), o aditivo deve ser adicionado em uma quantidade muito maior.

Especificamente, a quantidade de mistura do aditivo está preferivelmente dentro de uma faixa de 10 a 200 partes em peso e ainda mais preferivelmente de 10 a 100 partes em peso e o mais preferivelmente de 20 a 25 50 partes em peso, por 100 partes em peso da substância volátil. Particularmente naqueles casos onde a substância volátil é uma fragrância, de modo a garantir a manifestação adequada do aroma, a quantidade de mistura do aditivo preferivelmente não é mais do que 100 partes em peso, isto é,

dentro de uma faixa de 10 a 100 partes em peso e é ainda mais preferivelmente de 20 a 50 partes em peso, por 100 partes em peso da fragrância.

Mais especificamente, a adição de 20 a 50 partes em peso de um aditivo com um ponto de fusão de 50 a 100°C a 100 partes em peso da substância volátil, produzindo deste modo uma mistura com um ponto de fusão que caia dentro de uma faixa de 0 a 50°C é extremamente desejável. Esta capacidade para aumentar a quantidade relativa de mistura da substância volátil dentro da mistura de uma forma de realização preferida é um dos traços característicos da presente invenção. Em tais casos, o aditivo é dissolvido na substância volátil.

A mistura que constitui o material encapsulado da microcápsula também pode compreender outros componentes além da substância volátil e do aditivo. Os exemplos destes outros componentes incluem solventes orgânicos tais como tolueno, xileno e hexano, assim como lubrificantes, corantes, pigmentos orgânicos e inorgânicos, antioxidantes, absorvedores de ultravioleta e outros compostos orgânicos.

Não existe nenhuma restrição particular sobre o material membranoso da microcápsula e os exemplos adequados incluem materiais poliméricos orgânicos tais como gelatina, gelatina-goma arábica, resinas acrílicas, resinas de uretano, resinas de melamina, resinas de uréia-formalina, náilon, poliéteres, ácido algínico, álcool polivinílico, poliestireno, parafina e celulose; e materiais inorgânicos tais como dióxido de titânio, carbonato de cálcio, negro de fumo, sílica, metais alcalino terrosos, silicatos, óxidos de ferro, carbonato de cobalto e óxido de zinco.

Processos de Fabricar Microcápsulas

A microencapsulação do material de encapsulação pode ser conduzida usando uma variedade de métodos, incluindo a polimerização interfacial, polimerização *in situ*, coacervação, secagem em líquido, secagem

por pulverização, cura em líquido e suspensão a ar. Destes métodos, a polimerização interfacial, polimerização *in situ* e coacervação são preferidos e os métodos de polimerização *in situ* são particularmente desejáveis.

5 Naqueles casos onde o material de encapsulação é oleoso (uma fase oleosa), a microcápsula pode ser preparada em um sistema aquoso.

Por exemplo, a polimerização *in situ* inclui: preparar uma emulsão de uma mistura que compreenda a substância volátil e o aditivo que tenha um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e seja capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil; e adicionar um material membranoso à emulsão e conduzir uma polimerização, formando deste modo uma microcápsula que encapsule a mistura. Usando-se este método de produção, uma microcápsula de acordo com a presente invenção pode ser favoravelmente produzida.

15 Como segue é uma descrição de uma forma de realização preferida da presente invenção.

Primeiro, uma substância volátil tal como uma fragrância oleosa e um aditivo são misturados entre si em uma temperatura que excede o ponto de fusão T4 do aditivo, produzindo deste modo uma mistura em que os dois materiais são mutualmente dissolvidos. Um regulador de pH é preferivelmente usado para ajustar o pH da mistura. Os exemplos de ácidos como o regulador de pH incluem ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico, ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido bórico e ácido fumárico. Os exemplos de álcalis incluem hidróxidos de metal alcalino, amônia e trietanolamina.

25 Enquanto ainda em um estado líquido, esta mistura (lipofílica) é depois misturada com água e emulsificada, preparando assim uma emulsão. Durante esta etapa, um acelerador de emulsão ou coisa parecida é preferivelmente usado para estabilizar as gotículas oleosas da mistura. Um polímero solúvel em água aniónico é preferivelmente usado como o

acelerador de emulsão para a microencapsulação. Os exemplos de polímeros solúveis em água aniônicos incluem copolímero de etileno-anidrido maleico, copolímero de estireno-anidrido maleico, copolímero de éter metilvinílico-anidrido maleico, ácido poliacrílico, ácido poliestirenossulfônico, copolímero 5 de ácido acrílico-ácido estireno-sulfônico, copolímero ternário de ácido acrílico-acrilamida-acrilonitrila e copolímero ternário de ácido acrílico-acrilonitrila-metacrilato de polietileno glicol do ácido fosfóxi.

Subseqüentemente, um material membranoso (tal como um pré polímero) é adicionado a esta emulsão e este material membranoso é 10 depois polimerizado em torno da periferia das gotículas oleosas, formando assim as paredes da microcápsula. Isto produz uma pasta fluida de microcápsula. Se necessário, o solvente pode ser removido da pasta fluida para produzir um pó de microcápsula.

A emulsificação da mistura pode ser conduzida usando um dispositivo de emulsificação-dispersão típico tal como um agitador, homomisturador, homodispersador, homojateador, moinho de colóide, dispositivo de dispersão ultrassônico ou emulsificador ultrassônico. Os exemplos específicos de dispositivos comercialmente disponíveis adequados incluem agitadores gerais tais como os agitadores a motor 3-1 série BL 3-1 15 (fabricado pela Shinto Scientific Co., Ltd.) e o misturador portátil A520 (fabricado pela Satake Chemical Equipment Mfg., Ltd.) e homomisturadores gerais tais como o Homomisturador Mark II 20 (fabricado pela Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.) e o TK Pipeline Homomixer SL (fabricado pela Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.).

20 A microencapsulação acima é preferivelmente conduzida em uma temperatura mais alta do que a temperatura do limite superior (T₂) da faixa de ponto de fusão para a mistura e por exemplo, é preferivelmente conduzido com o sistema inteiro mantido a uma temperatura dentro de uma faixa de 60 a 80°C.

Uma vez que a encapsulação esteja completa, não existe absolutamente nenhum problema associado com as mudanças de fase de sólido-líquido ou líquido-gás causadas pelas variações de temperatura dentro do material encapsulado dentro das cápsulas. Estas propriedades, em que as 5 cápsulas podem ser tratadas da mesma maneira independente de se as mudanças de fase ocorreram dentro do material encapsulado, é uma das vantagens significantes das microcápsulas.

Os exemplos adequados do material membranoso usado durante a polimerização *in situ* incluem resinas de uréia, resinas de melamina, 10 ésteres de acrilato e poliisocianatos. O uso de resinas de melamina (melamina e formaldeído), resinas de uréia-formalina (uréia e formaldeído) como o material membranoso é particularmente preferido.

Por exemplo, naqueles casos onde uma resina de melamina é usada como o material membranoso, a produção é preferivelmente conduzida 15 da maneira descrita abaixo. Primeiro, a substância volátil e o aditivo são misturados entre si em uma temperatura que exceda a temperatura do limite superior (T_2) da faixa de ponto de fusão para a mistura a ser encapsulada, formando assim um material de encapsulação (A) (fase oleosa), em uma preparação separada, de modo a permitir a aceleração e estabilização das 20 gotículas oleosas da mistura, a resina de etileno anidrido maleico como o acelerador de emulsão é dissolvida em água, produzindo um acelerador de emulsão líquido (B). Em uma outra preparação, uma solução aquosa (C) de um pré polímero de resina de melamina também é preparada. Em uma 25 temperatura que excede T_2 , o material (A) é então misturado com o líquido (B) e emulsificados para preparar uma emulsão e um número de agitação é ajustado até que o tamanho de partícula médio desejado seja obtido. A solução (C) é depois adicionada e a agitação é continuada, produzindo deste modo uma membrana de resina de melamina em torno da periferia das gotículas oleosas do material de encapsulação e produzindo uma pasta fluida

de microcápsula.

O tamanho de partícula médio das gotículas oleosas dentro da mistura emulsificada pode ser apropriadamente ajustado de acordo com o tamanho de partícula médio desejado para as microcápsulas do produto final.

Uma forma de realização preferida no caso de uma polimerização *in situ* usando uma resina de uréia-formalina é como descrita abaixo. Primeiro, um monômero de resina de uréia, um monômero de resina de resorcina e uma resina de etileno anidrido maleico (acelerador de emulsão) são dissolvidos em água. Esta solução é aquecida a uma temperatura que excede a temperatura do limite superior (T_2) da faixa de ponto de fusão para a mistura a ser encapsulada, um material de encapsulação (fase oleosa) preparada da mesma maneira como descrito acima é depois adicionado à solução e emulsificado e a agitação é continuada até que o tamanho de partícula médio desejado seja obtido. Formaldeído é depois adicionado e a agitação é continuada, produzindo deste modo uma membrana de resina de uréia-formalina em torno da periferia do material de encapsulação e produzindo uma pasta fluida de microcápsula.

Em seguida está uma descrição de um método de coacervação. Primeiro, o material membranoso é dissolvido em uma fase aquosa e a fase oleosa do material de encapsulação é depois adicionada e agitada, dispersando deste modo o material de encapsulação como gotículas finas. À fase aquosa do sistema de dispersão O/W assim obtido (emulsão) é gradualmente adicionado um solvente deficiente em relação ao material membranoso (um líquido que é incapaz de dissolver facilmente o material membranoso), diminuindo deste modo a solubilidade do material membranoso e fazendo com que o material membranoso precipite em uma maneira que circunde as gotículas finas. Alternativamente, a temperatura do sistema de dispersão O/W pode ser diminuída, diminuindo deste modo a solubilidade do material membranoso e causando a precipitação.

Na descrição acima, o sistema de dispersão W/O também pode ser formado preparando-se o material membranoso como a fase oleosa e o material de encapsulação como a fase aquosa.

No caso de polimerização interfacial, um monômero de material membranoso solúvel em água e um monômero solúvel em água que reage entre si para formar a membrana são usados. Primeiro, uma pré mistura de fase oleosa que compreende uma mistura uniforme do monômero de material membranoso solúvel em água e do material de encapsulação e uma fase aquosa que comporte o monômero solúvel em água e um acelerador de emulsão são preparadas. A pré mistura da fase oleosa é depois dispersada dentro da fase aquosa e o sistema de dispersão de O/W ou W/O resultante é aquecido, efetuando deste modo a polimerização na interface entre a fase oleosa e a fase aquosa.

O tamanho de partícula das microcápsulas pode ser selecionado de acordo com o seu uso pretendido. Embora não exista nenhuma restrição particular, se a adequabilidade para uma ampla variedade de aplicações potenciais é considerada, então o tamanho de partícula médio está preferivelmente dentro de uma faixa de 0,5 a aproximadamente 100 µm. Se o tamanho de partícula for muito grande, então as próprias cápsulas se tornam propensas à ruptura, tornando-as inadequadas para uma variedade de aplicações. Ao contrário, se o tamanho de partícula é muito pequeno, as cápsulas se tornam excessivamente resistentes à ruptura, aumentando o risco de que os efeitos dos conteúdos possam não se manifestar adequadamente.

Por exemplo, no caso de tinta contendo cápsula ou naqueles casos onde as cápsulas são misturadas em fibras, papel ou borrachas de apagar ou coisa parecida, um tamanho pequeno de partícula de aproximadamente 1 a 20 µm é preferido em termos de dispersão e processamento. Ao contrário, em aplicações onde as cápsulas são aderidas à superfície de um produto moldado ou coisa parecida e a aplicação requer que

as cápsulas sejam facilmente rompidas, um tamanho de partícula grande de aproximadamente 20 a 100 μm é preferido em termos de aumento da freqüência de contato e diminuição da resistência das cápsulas.

Independente de se a polimerização *in situ*, polimerização interfacial ou algum outro método de polimerização é usado, o tamanho de partícula da cápsula pode ser controlado alterando-se fatores tais como a velocidade de revolução e a forma da lâmina de agitação ou lâmina de rotor do agitador ou homomisturador usado durante a etapa de emulsificação do processo de microencapsulação ou ajustando-se a taxa de reação alterando-se 5 as condições de polimerização (tais como a temperatura e tempo de reação) para o material membranoso.

As microcápsulas podem ser usadas para uma variedade de aplicações. As técnicas para usar as microcápsulas incluem simplesmente 15 adicioná-las e dispersá-las no caso de materiais líquidos ou incorporar as microcápsulas por técnicas de revestimento, pulverização, adesão ou amassamento no caso de substratos para a fabricação de papel ou tecidos.

As microcápsulas podem ser usadas dentro de uma ampla faixa de produtos e aplicações potenciais naqueles casos onde a substância volátil é uma fragrância incluem adicionar as microcápsulas a tintas, materiais de 20 revestimento (tanto com base em água quanto com base em óleo, para canetas ou aplicações tipo pulverização, etc.), cosméticos, perfumadores de ar, desodorantes, agentes de limpeza e amaciante de tecido e outros; pulverizar ou ligar as microcápsulas à matéria impressa (tal como cartões comemorativos de ano novo, catálogos, papel de escrever cartas e selos), tecidos, têxteis, produtos têxteis (tais como roupas e toalhas) e papel de seda; 25 e combinar ou misturar as microcápsulas em resinas moldadas, borracha, têxteis e borrachas de apagar e outros ou às suas matérias primas.

A quantidade de mistura das microcápsulas quando usadas nestes tipos de produtos pode ser ajustada apropriadamente de acordo com as

características do produto desejado.

Produtos de consumo

Em um primeiro aspecto da invenção do Requerente, a invenção do Requerente inclui um produto de consumo tal como um artigo e/ou composições de limpeza e/ou tratamento que compreende pelo menos 5 0,00001 por cento em peso de um agente de benefício contendo a microcápsula de acordo com, qualquer equilíbrio das ditas composições sendo um ou mais materiais adjuntos.

Em um segundo aspecto da invenção do Requerente, a 10 invenção do Requerente inclui um produto de consumo tal como um artigo e/ou composições de limpeza e/ou tratamento que compreendem de cerca de 0,00001 a cerca de 99,9 por cento em peso, de cerca de 0,00001 a cerca de 10 por cento em peso, de cerca de 0,02 a cerca de 5 por cento em peso ou ainda de cerca de 0,2 a cerca de 2 por cento em peso de uma microcápsula contendo 15 agente de benefício de acordo com a presente invenção, qualquer equilíbrio das ditas composições sendo um ou mais materiais adjuntos.

Quando testados de acordo com o Método de teste 1, os aspectos anteriormente mencionados do Requerente pode compreender menos do que ou igual a 50 ppm de formaldeído, menos do que ou igual a 25 ppm de 20 formaldeído, menos do que ou igual a 10 ppm de formaldeído ou ainda menos do que ou igual a 5 ppm de formaldeído.

Quando testado de acordo com o Método de teste 2, os aspectos anteriormente mencionados da invenção do Requerente podem compreender pelo menos 5 %, de cerca de 5 a cerca de 99 %, de cerca de 8 a 25 cerca de 80 % ou ainda de cerca de 10 a cerca de 60 % de água.

Se qualquer um dos aspectos anteriormente mencionadas da invenção do Requerente for um detergente líquido de limpeza pesada aquoso, tal detergente pode ter um pH de cerca de 2 a cerca de 12, de cerca de 4 a cerca de 10 ou ainda de cerca de 6 a cerca de 9. De outro modo tal produto de

consumo pode ter, quando medido pelo Método 3, um pH de cerca de 8 a cerca de 12, de cerca de 8,5 a cerca de 11 ou ainda de cerca de 9 a cerca de 11.

Os aspectos anteriormente mencionadas da invenção do Requerente tipicamente contêm um material adjunto que é um tensoativo. Tal tensoativo pode ser selecionado de tensoativos aniônicos, não iônicos, zwitteriônicos, catiônicos e anfolíticos. Os tensoativos aniônicos são tipicamente usados em detergentes líquidos em níveis de cerca de 1 a cerca de 80, de cerca de 1 a cerca de 50 ou ainda de cerca de 2 a cerca de 20 porcento em peso. Uma lista representativa de tensoativos pode ser encontrada na seção de materiais adjuntos deste relatório descritivo. Entretanto, quando um tensoativo aniônico é utilizado, particularmente em um detergente líquido, tal como um detergente líquido aquoso, tal tensoativo pode ser selecionado do grupo que consiste de alquila C₁₁-C₁₈ benzeno sulfonato (LAS), sulfatos C₁₀-C₂₀ primários, ramificados e aleatórios (AS) e misturas destes.

Os aspectos anteriormente mencionados da invenção do Requerente podem conter uma microcápsula da presente invenção em que o agente de benefício encapsulado compreende um perfume ou uma mistura de perfume.

Os aspectos anteriormente mencionados das invenções de produto de consumo do Requerente podem incluir outros sistemas de perfume, por exemplo, perfume livre, pró-perfumes tais como betacetoésteres, ésteres, acetais, oxazolidinas, orto-ésteres, beta-amino cetonas e Bases de Schiff, sistemas de zeólito contendo perfume e materiais tais como ciclodextrinas.

Materiais Adjuntos

Embora não essenciais para os propósitos da presente invenção, a lista não limitante de adjuntos a seguir ilustrada é adequada para o uso nas composições presentes e pode ser desejavelmente incorporada em

certas formas de realização da invenção, por exemplo para ajudar ou realçar o desempenho de limpeza, para o tratamento do substrato a ser limpo ou para modificar as estéticas da composição limpadora como é o caso com perfumes, corantes, pigmentos ou coisa parecida. A natureza exata destes componentes adicionais e os níveis da sua incorporação, dependerá da forma física da composição e da natureza da operação de limpeza para a qual a mesma deva ser usada. Os materiais adjuntos adequados incluem, mas não são limitados a, tensoativos, formadores, agentes quelantes, agentes inibidores da transferência de pigmento, dispersantes, enzimas e estabilizadores de enzima, 5 materiais catalíticos, ativadores de branqueamento, peróxido de hidrogênio, fontes de peróxido de hidrogênio, perácidos pré formados, agentes de dispersão poliméricos, agentes de remoção/anti-redeposição de sujeira argilosa, abrillantadores, supressores de espuma, pigmentos, perfumes, agentes elasticizantes de estrutura, amaciante de tecido, carregadores, 10 hidrótropos, auxiliares de processamento, solventes e/ou pigmentos, além da divulgação abaixo, os exemplos adequados de outros tais adjuntos e os níveis de uso são encontrados nas Patentes U.S. 5.576.282, 6.306.812 B1 e 6.326.,348 B1 que são incorporadas por referência. Como estabelecido, os ingredientes adjuntos não são essenciais às composições do Requerente. 15 Assim, certas formas de realização das composições do Requerente não contém um ou mais dos seguintes materiais adjuntos: tensoativos, formadores, agentes quelantes, agentes inibidores da transferência de pigmento, dispersantes, enzimas e estabilizadores de enzima, materiais catalíticos, ativadores de branqueamento, peróxido de hidrogênio, fontes de peróxido de 20 hidrogênio, perácidos pré formados, agentes de dispersão polimérica, agentes de remoção/anti-redeposição de sujeira argilosa, abrillantadores, supressores de espuma, pigmentos, perfumes, agentes elasticizantes de estrutura, amaciante de tecido, carregadores, hidrótropos, auxiliares de processamento, solventes e/ou pigmentos. Entretanto, quando um ou mais adjuntos estão 25

presentes, um tal ou mais adjuntos podem estar presentes como detalhado abaixo:

Agentes de Branqueamento - As composições limpadoras da presente invenção podem compreender um ou mais agentes branqueadores.

5 Os agentes branqueadores adequados outros que não catalisadores de branqueamento incluem fotobranqueadores, ativadores de branqueamento, peróxido de hidrogênio, fontes de peróxido de hidrogênio, perácidos pré-formados e misturas destes. No geral, quando um agente de branqueamento é usado, as composições da presente invenção podem compreender de cerca de 10 0,1 % a cerca de 50 % ou ainda de cerca de 0,1 % a cerca de 25 % de agente de branqueamento em peso da composição limpadora objeto. Os exemplos de agentes branqueadores adequados incluem:

(1) fotobranqueadores por exemplo ftalocianina de zinco sulfonatada;

15 (2) perácidos pré formados: Os perácidos pré formados adequados incluem, mas não são limitados a, compostos selecionados do grupo que consiste de ácidos percarboxílicos e sais, ácidos percarbonônicos e sais, ácidos perimídicos e sais, ácidos peroximonossulfúrico e sais, por exemplo, Oxzona ® e misturas destes. Os ácidos percarboxílicos adequados 20 incluem perácidos hidrofóbicos e hidrofílicos tendo a fórmula R-(C=O)O-O-M em que R é um grupo alquila, opcionalmente ramificado, tendo, quando o perácido é hidrofóbico, de 6 a 14 átomos de carbono ou de 8 a 12 átomos de carbono e, quando o perácido é hidrofílico, menos do que 6 átomos de carbono ou ainda menos do que 4 átomos de carbono; e M é um contraíon, 25 por exemplo, sódio, potássio ou hidrogênio;

(3) fontes de peróxido de hidrogênio, por exemplo, sais de peridrato inorgânico, incluindo sais de metal alcalino tais como sais de sódio de perborato (usualmente mono- ou tetra-hidrato), percarbonato, persulfato, perfosfato, sais de persilicato e misturas destes. Em um aspecto da invenção

os sais de peridrato inorgânico são selecionados do grupo que consiste de sais de sódio de perborato, percarbonato e misturas destes. Quando utilizados, os sais de peridrato inorgânicos estão tipicamente presentes em quantidades de 0,05 a 40 % em peso ou de 1 a 30 % em peso da composição global e são tipicamente incorporados em tais composições como um sólido cristalino que pode ser revestido. Os revestimentos adequados incluem, sais inorgânicos tais como sais de silicato de metal alcalino, carbonato ou borato ou misturas destes ou materiais orgânicos tais como polímeros solúveis ou dispersíveis em água, ceras, óleos ou sabões graxos; e

(4) Ativadores de branqueamento tendo R-(C=O)-L em que R é um grupo alquila, opcionalmente ramificado, tendo, quando o ativador de branqueamento é hidrofóbico, de 6 a 14 átomos de carbono ou de 8 a 12 átomos de carbono e, quando o ativador de branqueamento é hidrofílico, menos do que 6 átomos de carbono ou ainda menos do que 4 átomos de carbono; e L é grupo de partida. Os exemplos de grupos de partida adequados são o ácido benzóico e seus derivados - especialmente sulfonato de benzeno. Os ativadores de branqueamento adequados incluem dodecanoil oxibenzeno sulfonato, decanoil oxibenzeno sulfonato, ácido decanoil oxibenzóico ou sais destes, 3,5,5-trimetil hexanoiloxibenzeno sulfonato, tetraacetil etileno diamina (TAED) e nonanoiloxibenzeno sulfonato (NOBS). Os ativadores de branqueamento adequados também são divulgados na WO 98/17767. Embora qualquer ativador de branqueamento adequado possa ser utilizado, em um aspecto da invenção a composição limpadora objeto pode compreender NOBS, TAED ou misturas destes.

Quando presente, o perácido e/ou ativador de branqueamento está no geral presente na composição em uma quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 60 % em peso, de cerca de 0,5 a cerca de 40 % em peso ou ainda de cerca de 0,6 a cerca de 10 % em peso com base na composição. Um ou mais perácidos hidrofóbicos ou seus precursores podem ser usados em combinação

com um ou mais perácidos hidrofílicos ou precursores destes.

As quantidades de fonte de peróxido de hidrogênio e perácido ou ativador de branqueamento podem ser selecionadas tal que a razão molar de oxigênio disponível (da fonte de peróxido) para perácido é de 1:1 a 35:1 ou 5 ainda de 2:1 para 10:1.

Tensoativos - As composições limpadoras de acordo com a presente invenção podem compreender um tensoativo ou sistema de tensoativo em que o tensoativo pode ser selecionado de tensoativos não iônicos, não aniônicos, tensoativos catiônicos, tensoativos anfolíticos, 10 tensoativos zwitteriônicos, tensoativos não iônicos semi-polares e misturas destes. Quando presente, o tensoativo está tipicamente presente em um nível de cerca de 0,1 % a cerca de 80 %, de cerca de 1 % a cerca de 50 % ou ainda de cerca de 5 % a cerca de 40 % em peso da composição objeto.

Formadores - As composições limpadoras da presente 15 invenção podem compreender um ou mais formadores de detergente ou sistemas de formadores. Quando um formador é usado, a composição objeto tipicamente compreenderá pelo menos cerca de 1 %, de cerca de 5 % a cerca de 60 % ou ainda de cerca de 10 % a cerca de 40 % de formador em peso da composição objeto. Os formadores incluem, mas não são limitados aos sais de metal alcalino, amônio e alcanolamônio de polifosfatos, silicatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino terroso e alcalino, formadores de aluminossilicato e compostos de policarboxilato, hidroxipolicarboxilatos éter, copolímeros de anidrido maleico com etileno ou éter vinil metílico, ácido 1,3,5-triidroxibenzeno-2,4,6-trisulfônico e ácido carboximetiloxisuccínico, os 20 vários sais de metal alcalino, amônio e amônio substituído de ácidos poliacéticos tais como ácido etilenodiamino tetraacético e ácido nitrilotriacético, assim como policarboxilatos tais como ácido melítico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido oxidissuccínico, ácido polimaleico, ácido benzeno 1,3,5-tricarboxílico, ácido carboximetiloxi-succínico e sais solúveis 25

destes.

Agentes Quelantes - As composições limpadoras aqui podem conter um agente quelante. Os agentes quelantes adequados incluem agentes quelantes de cobre, ferro e/ou manganês e misturas destes. Quando um agente quelante é usado, a composição objeto pode compreender de cerca de 0,005 % a cerca de 15 % ou ainda de cerca de 3,0 % a cerca de 10 % de agente quelante em peso da composição objeto.

Agentes Inibidores da Transferência de Pigmento - As composições limpadoras da presente invenção também podem incluir um ou mais agentes inibidores da transferência de pigmento. Os agentes poliméricos inibidores da transferência de pigmento adequados incluem, mas não são limitados a, polímeros de polivinilpirrolidona, polímeros de N-óxido poliamina, copolímeros de N-vinilpirrolidona e N-vinylimidazol, poliviniloxazolidonas e polvinilimidazóis ou misturas destes. Quando presente em uma composição objeto, os agentes inibidores da transferência de pigmento podem estar presentes em níveis de cerca de 0,0001 % a cerca de 10 %, de cerca de 0,01 % a cerca de 5 % ou ainda de cerca de 0,1 % a cerca de 3 % em peso da composição.

Abrilhantadores - As composições limpadoras da presente invenção podem também conter componentes adicionais que podem tingir artigos que estão sendo limpos, tais como abrilhantadores fluorescentes. Os níveis de abrilhantador fluorescente adequados incluem níveis mais baixos de cerca de 0,01, de cerca de 0,05, de cerca de 0,1 ou ainda de cerca de 0,2 % em peso até níveis superiores de 0,5 ou ainda 0,75 % em peso.

Dispersantes - As composições da presente invenção também podem conter dispersantes. Os materiais orgânicos solúveis em água adequados incluem os ácidos homo- ou co-poliméricos ou seus sais, em que o ácido policarboxílico compreende pelo menos dois radicais de carboxila separados um do outro por não mais do que dois átomos de carbono.

Enzimas - As composições limpadoras podem compreender uma ou mais enzimas que fornecem desempenho de limpeza e/ou benefícios de cuidado com o tecido. Os exemplos de enzimas adequadas incluem, mas não são limitadas a, hemicelulases, peroxidases, proteases, celulases, 5 xilanases, lipases, fosfolipases, esterases, cutinases, pectinases, mananases, pectato liases, queratinases, redutases, oxidases, fenoloxidases, lipoxigenases, ligninases, pululanases, tanases, pentossanases, malanases, β -glicanases, arabinosidases, hialuronidase, condroitinase, lacase e amilases ou misturas destas. Uma combinação típica é um coquetel de enzima que pode 10 compreender, por exemplo, uma protease e lipase em conjunção com amilase. Quando presente em uma composição limpadora, as enzimas anteriormente mencionadas podem estar presentes em níveis de cerca de 0,00001 % a cerca de 2 %, de cerca de 0,0001 % a cerca de 1 % ou ainda de cerca de 0,001 % a cerca de 0,5 % de proteína de enzima em peso da composição.

15 Estabilizadores de Enzima - As enzimas para o uso em detergentes podem ser estabilizadas por várias técnicas. As enzimas aqui utilizadas podem ser estabilizadas pela presença de fontes solúveis em água de íons cálcio e/ou magnésio nas composições acabadas que fornecem tais íons às enzimas. No caso de composições aquosas que compreendem 20 protease, um inibidor de protease reversível, tal como um composto de boro, pode ser adicionado para melhorar ainda mais a estabilidade.

Complexos de Metal Catalítico - as composições limpadoras do Requerente podem incluir complexos de metal catalítico. Um tipo de catalisador de branqueamento contendo metal é um sistema de catalisador que 25 comprehende um cátion de metal de transição de atividade catalítica de branqueamento definida, tal como cobre, ferro, titânio, rutênio, tungstênio, molibdênio ou manganês, um cátion metálico auxiliar tendo pouca ou nenhuma atividade catalítica de branqueamento, tal como os cátions zinco ou alumínio e um seqüestrante tendo constantes de estabilidade definida para os

cátions de metal catalítico e auxiliar, particularmente o ácido etilenodiaminotetraacético, ácido etilenodiaminotetra(metilenofosfônico) e sais destes solúveis em água. Tais catalisadores são divulgados na U.S. 4.430.243.

5 Se desejado, as composições aqui podem ser catalisadas por meio de um composto de manganês. Tais compostos e níveis de uso são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, os catalisadores com base em manganês divulgados na U.S. 5.576.282.

Os catalisadores de branqueamento de cobalto úteis aqui são conhecidos e são descritos, por exemplo, na U.S. 5.597.936; U.S. 5.595.967. Tais catalisadores de cobalto são facilmente preparados por procedimentos conhecidos, tais como divulgados por exemplo na U.S. 5.597.936 e U.S. 5.595.967. As composições aqui também podem adequadamente incluir um complexo de metal de transição de ligandos tais como bispidonas (WO 05/042532 A1) e/ou ligandos rígidos macropolícílicos - abreviados como "MRLs". Como uma questão prática e não por via de limitação, as composições e processos aqui podem ser ajustados para fornecer na ordem de pelo menos uma parte por cem milhões da espécie de MRL ativa no meio de lavagem aquoso e tipicamente fornecerá de cerca de 0,005 ppm a cerca de 25 ppm, de cerca de 0,05 ppm a cerca de 10 ppm ou ainda de cerca de 0,1 ppm a cerca de 5 ppm, do MRL no líquido de lavagem.

20 Os metais de transição adequados no catalisador de branqueamento de metal de transição instantâneo incluem, por exemplo, manganês, ferro e cromo. Os MRLs adequados incluem 5,12-dietil-1,5,8,12-tetraazabiciclo[6,6,2]hexadecano.

25 Os MRLs de metal de transição adequados são facilmente preparados por procedimentos conhecidos, tais como divulgados por exemplo na WO 00/32601 e U.S. 6.225.464.

Solventes - Os solventes adequados incluem água e outros

solventes tais como fluidos lipofílicos. Os exemplos de fluidos lipofílicos adequados incluem siloxanos, outras siliconas, hidrocarbonetos, éteres de glicol, derivados de glicerina tais como éteres de glicerina, aminas perfluoradas, solventes perfluorados e de hidrofluoroéter, solventes orgânicos não fluorados de volatilidade baixa, solventes de diol, outros solventes ambientalmente amigáveis e misturas destes.

Processos de Fabricar Produtos de Consumo Os produtos da presente invenção podem ser formulados em qualquer forma adequada e preparada por qualquer processo escolhido pelo formulador, os exemplos não limitantes dos quais são descritos nos exemplos do Requerente e na U.S. 5.879.584, U.S. 5.691.297, U.S. 5.574.005, U.S. 5.569.645, U.S. 5.565.422, U.S. 5.516.448, U.S. 5.489.392, U.S. 5.486.303 todos os quais são aqui incorporadas por referência. Quando microcápsulas contendo agente de benefício são incorporadas em um produto de consumo, tais microcápsulas podem necessitar ser ainda processada. Tal processamento tipicamente acarreta homogeneizar a pasta fluida de cápsula líquida misturando-se ou agitando-se, adicionando-se água à pasta fluida de cápsula, adicionando-se um agente estruturante à pasta fluida de cápsula, ajustando a massa específica do teor de cápsula, adicionando-se um dispersante ou um anti-sedimentação à pasta fluida de cápsula ou uma mistura desta. Tal processamento tipicamente depende das exigências da formulação e/ou artigo que compreenderá a microcápsula contendo o benefício. Em certos casos as microcápsulas podem ser embutidas em um produto de consumo quando o produto de consumo é produzido ou formado e/ou aderidas à superfície de tal produto de consumo por meios físicos ou químicos incluindo colagem.

Método de Uso

A presente invenção inclui um método para limpar e/ou tratar um sítio *inter alia* uma superfície ou tecido. Tal método inclui as etapas de contactar uma forma de realização do produto de consumo do Requerente, se

uma composição na forma pura ou diluída em um líquido de lavagem, com pelo menos uma porção de uma superfície ou tecido depois opcionalmente enxaguar tal superfície ou tecido. A superfície ou tecido pode ser submetido a uma etapa de lavagem antes da etapa de enxágüe anteriormente mencionada.

5 Para os propósitos da presente invenção, a lavagem inclui mas não é limitada a, esfregação e agitação mecânica. Como será avaliada por uma pessoa habilitada na técnica, os produtos de consumo da presente invenção são idealmente adaptada para o uso em uma variedade de aplicações incluindo limpar ou tratar uma superfície por exemplo em uma aplicação de lavagem de
10 roupa. Consequentemente, a presente invenção inclui um método para a lavagem de um tecido. O método compreende as etapas de contactar um tecido a ser lavado com uma dita solução de lavagem de limpeza que compreende pelo menos uma forma de realização da composição de lavagem do Requerente, aditivo limpador ou mistura deste. O tecido pode compreender
15 principalmente qualquer tecido capaz de ser lavado nas condições de uso normal do consumidor. A solução preferivelmente tem um pH de cerca de 8 a cerca de 10,5. As composições podem ser utilizadas nas concentrações de cerca de 500 ppm a cerca de 15.000 ppm em solução. As temperaturas da água tipicamente variam de cerca de 5°C a cerca de 90°C. A razão de água
20 para tecido é tipicamente de cerca de 1:1 a cerca de 30:1.

MÉTODOS DE TESTE

Método 1: O formaldeído é analisado por meio de uma derivação específica para aldeídos e compostos de carbonila. Isto é realizado por intermédio da derivação em temperatura ambiente com 2,4-Di Nitro Fenil Hidrazina (DNPH) antes de uma separação cromatográfica usando a Cromatografia de fase reversa com detecção UV/Vis (ajuste do comprimento de onda = 365 nm). A calibração é realizada através da “Calibração Padrão Externa” com soluções de formaldeído de referência fabricadas a partir de solução de Formaldeído a 36-37 % comercialmente disponível. A atividade

deste material pode ser determinada por intermédio de uma titulação de redox.

Método 2: ASTM E203-01 por intermédio do método de titulação de Karl Fischer.

Método 3: O pH é determinado pelo método da Health Canada

5 "Determination of the pH of Consumer Products in Aqueous Solution" Product Safety Reference Manual, Book 5 - Laboratory Policies and Procedures Effective 2001-10-28 Part B: Test Methods Section, Method C-13 Amendment #29

10 Método 4. Procedimento Para a Determinação da % de Vazamento de Perfume

Quando da determinação da % de vazamento de perfume das microcápsulas de perfume em detergente líquido, uma amostra nova de detergente líquido com nível igual de perfume livre (Microcápsulas sem Perfume) também deve ser analisada em paralelo por referência.

15 1. Preparação De Solução de Padrão Interno

- Solução de carga de tonalid : Pesar 70 mg de tonalid e adicionar 20 ml de hexano p.a.

- Solução de Solução de Padrão Interno: Diluir 200 µl de solução de carga em 20 ml de hexano p. a.

20 - Misturar para homogeneizar

2. Extração de Perfume De Detergente Líquido com Microcápsulas Sem Perfume (Referência)

- Pesar 2 g de produto detergente líquido em um vaso de extração

25 - Adicionar 2 ml de etanol e 1 ml de água desionizada. Agitar suavemente para homogeneizar

- Adicionar 2 ml de Solução de Padrão Interno e fechar o vaso

- Extrair o perfume virando-se suavemente o vaso de extração para baixo e para cima por 20 vezes (manualmente)

- Adicionar uma ponta de espátula de Sulfato de Sódio
 - Depois da separação das camadas, transferir imediatamente a camada de hexano para dentro do frasco do auto amostrador da Cromatografia Gasosa e tampar o frasco
- 5 - Injetar continuamente (1,5 µl) no orifício de injeção da Cromatografia Gasosa
- Conduzir a análise Cromatográfica Gasosa-Espectrométrica de Massa: Separação Cromatográfica Gasosa em Durawax-4 (60m, 0.32 mm DI, 0,25 µm de Película) 40°C/4°C/min/230°C/20'
- 10 3. Extração de Perfume de Detergente Líquido Com Microcápsulas com Perfume
- Pesar 20 g de produto detergente líquido em um vaso de centrífuga de 50 ml
 - Centrifugar por 5 min a 3500 rpm
- 15 - Tirar 2 g da camada líquida (camada inferior), evitar contato com a camada de cápsula superior
- Adicionar 2 ml de etanol e 1 ml de água desionizada
 - Agitar suavemente para homogeneizar
 - Adicionar 2 ml de Solução de Padrão Interno e fechar o vaso
- 20 - Extrair o perfume virando-se suavemente o vaso de extração para cima e para baixo por 20 vezes (manualmente)
- Adicionar uma ponta de espátula de Sulfato de Sódio
 - Depois da separação das camadas, imediatamente transferir a camada de hexano para dentro do frasco do auto-amostrador da Cromatografia Gasosa e tampar o frasco
- 25 - Injetar continuamente (1,5 µl) no orifício de injeção da Cromatografia Gasosa
- Conduzir a análise Cromatográfica Gasosa-Espectrométrica de Massa: A separação Cromatográfica Gasosa em Durawax-4 (60m, 0,32

mm DI, 0,25 µm Película) 40°C/4°C/min/230°C/20'

4. Cálculo: O vazamento de perfume de cápsulas por Matéria Prima de Perfume individual:

Área de Matéria Prima de Perfume caps x Área da Solução de

$$5 \quad \text{Padrão Interno ref} \times \text{Peso ref} \times 100$$

% de vazamento de perfume = Área da Solução de Padrão
Internas caps x Área de Matéria Prima de Perfume ref x Peso caps

EXEMPLOS

Como segue está uma descrição mais detalhada da presente invenção com base em uma série de exemplos, embora a presente invenção não seja de nenhum modo restrita aos exemplos apresentados abaixo, na seguinte descrição, as unidades "% em peso" e "partes em peso" são abreviados como "%" e "partes" respectivamente quando da alusão de invenções de microcápsula.

15 Exemplo 1: Produção de membrana de resina de melamina/microcápsulas de fragrância (método da polimerização *in situ*)

(A) Preparação de material de encapsulação (mistura): uma mistura que compreende 75 % de uma fragrância de hortelã (X-7028, fabricada pela Takasago International Corporation, isto também se aplica a todas as referências a hortelã) e 25 % de ácido palmítico (ponto de fusão: 20 63°C) é agitada a 70°C, dissolvendo deste modo o ácido palmítico na fragrância. A faixa de ponto de fusão (T1-T2) para a mistura resultante é de 5 a 45°C (confirmado visualmente). A mistura é mantida a 55°C para impedi-la de solidificar antes da emulsificação.

25 (B) Preparação de acelerador de emulsão líquido: 15 % de resina de etileno anidrido maleico (Scripset-520, fabricada pela Monsanto Company) e 85 % de água são misturadas entre si a 60°C e a mistura é ajustada ao pH 4 usando ácido acético.

(C) Preparação de solução aquosa de pré-polímero de resina de

melamina: 15 % de uma resina de formaldeído melamina (Sumirez Resin 615K, fabricada pela Sumitomo Chemical Co., Ltd.) são dissolvidos em 85 % de água a 60°C.

(D) encapsulação: 100 partes do acelerador de emulsão líquido

5 (B) acima são agitadas a 60°C a 3.000 rpm usando um Homomisturador TK Mark II 20 (fabricado pela Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), 100 partes do material de encapsulação acima (A) são adicionadas e emulsificadas, a velocidade rotacional é depois gradualmente elevada e a agitação é conduzida a 7.000 rpm por 30 minutos, produzindo uma emulsão em que o tamanho de
10 partícula médio das gotículas oleosas do material de encapsulação é de aproximadamente 3 µm (como medido por um analisador de tamanho de partícula pela difração de laser SALD-3100 (fabricado pela Shimadzu Corporation), este analisador também é usado para medir todos os tamanhos de partícula subseqüentes).

15 A esta emulsão são adicionados 50 partes da solução aquosa de pré polímero de resina de melamina (C) acima e a agitação é continuada por 2 horas, gerando assim uma membrana de resina de melamina em torno da periferia do material de encapsulação e formando uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente
20 40 %.

Exemplo 2: Produção de membrana de resina de melamina/microcápsulas de fragrância (método da polimerização *in situ*)

Um material de encapsulação (A) é preparado misturando-se 75 % da fragrância de hortelã e 25 % de álcool beenílico (ponto de fusão: 25 70°C) a 75°C, dissolvendo deste modo o álcool beenílico na fragrância e formando uma mistura. A faixa de ponto de fusão para a mistura assim obtida é de 10 a 50°C. A mistura é mantida a 60°C para impedi-la de solidificar antes da emulsificação.

Com a exceção de usar este material de encapsulação (A), uma

pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 % é preparada da mesma maneira como o Exemplo 1.

Exemplo 3: Produção de membrana de resina de melamina/microcápsulas de fragrância (método da polimerização *in situ*)

- 5 Um material de encapsulação (A) é preparado misturando-se 65 % da fragrância de hortelã e 35 % de cera de parafina (EMW-0003, fabricada pela Nippon Seiro Co., Ltd., ponto de fusão: 50°C) a 60°C, dissolvendo deste modo a cera de parafina na fragrância e formando uma mistura. A faixa de ponto de fusão para a mistura assim obtida é de 0 a 40°C.
- 10 A mistura é mantida a 50°C para impedi-la de solidificar antes da emulsificação.

Com a exceção de usar este material de encapsulação (A), uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 % é preparada da mesma maneira como o exemplo 1.

- 15 Exemplo 4: Produção de membrana de resina de uréia-formalina/microcápsulas de fragrância (método da polimerização *in situ*)

- 10 % de um monômero de resina de uréia (grau reagente, fabricado pela Nissan Chemical Industries, Ltd.), 2 % de um monômero de resina de resorcina (grau reagente, fabricado pela Mitsui Chemicals, Inc.) e 20 3 % de uma resina de etileno anidrido maleico (Scripset-520, fabricado pela Monsanto Company) são dissolvidas em 85 % de água e a solução é ajustada ao pH 3 usando ácido acético.

- 25 50 partes da solução aquosa assim obtida é aquecida a 60°C, 40 partes do mesmo material de encapsulação como no exemplo 1 são adicionadas e emulsificadas e a agitação é conduzida por aproximadamente 30 minutos, até que as gotículas oleosas com um tamanho de partícula médio de 3 µm foram formadas. A esta emulsão são adicionadas 10 partes de formaldeído e a agitação é depois continuada por 2 horas, gerando assim uma resina de uréia-formalina em torno da periferia do material de encapsulação e

formando uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 %.

Exemplo 5: Produção de membrana de gelatina-goma arábica/microcápsulas de fragrância (método da coacervação)

A gelatina (APH, fabricada pela Nitta Gelatin Inc.) é dissolvida em água para produzir uma solução aquosa com uma concentração de gelatina de 3,6 % e a solução é ajustada ao pH 6 usando ácido acético. A 30 partes desta solução aquosa são adicionadas 25 partes de uma solução aquosa a 3,6 % de goma arábica (grau reagente, fabricado pela Gokyo Trading Co., Ltd.), preparando deste modo uma solução aquosa para formar a micromembrana da cápsula. 55 partes desta solução aquosa é aquecida até aproximadamente 60°C, o pH é ajustado a 5, 40 partes do mesmo material de encapsulação como no exemplo 1 são adicionadas e emulsificadas e a agitação é continuada até que gotículas oleosas com um tamanho de partícula médio de aproximadamente 5 µm foram formadas.

A emulsão/dispersão resultante é esfriada gradualmente a 10°C, gerando assim uma membrana polimérica de gelatina-goma arábica em torno da periferia do material de encapsulação. 5 partes de uma solução aquosa a 25 % de glutaraldeído (grau reagente, fabricado pela Daicel Chemical Industries, Ltd.) são depois adicionados e a membrana polimérica é curada, produzindo deste modo uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 %.

Exemplo Comparativo 1: Com a exceção de alterar o material de encapsulação (A) para 100 % da fragrância de hortelã, uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 % é preparada da mesma maneira como no Exemplo 1.

Exemplo Comparativo 2: Um material de encapsulação (A) é preparado misturando-se 75 % da fragrância de hortelã e 25 % de ácido ftálico (ponto de fusão: 234°C) a 240°C, dissolvendo deste modo o ácido

ftálico na fragrância de hortelã e formando uma mistura. A faixa de ponto de fusão para a mistura assim obtida é de 60 a 90°C. A mistura é mantida a 90°C ou mais alta para impedi-la de solidificar antes da emulsificação.

Uma tentativa é feita para encapsular o material de encapsulação da mesma maneira como no exemplo 1, com a temperatura do acelerador de emulsão líquido (B) mantida em uma temperatura tão alta quanto possível (90°C ou mais alta), mas durante a etapa de emulsificação, a mistura solidificou e precipitou, significando que uma emulsão não pôde ser obtida e a encapsulação não pôde ser completada.

Exemplo Comparativo 3: Um material de encapsulação (A) é preparado misturando-se 75 % da fragrância de hortelã e 25 % de ftalato de dietila (fixativo, ponto de fusão: -40°C), formando assim uma mistura líquida. Esta mistura permaneceu um líquido mesmo a -20°C. Usando este líquido, a microencapsulação é conduzida da mesma maneira como no exemplo 1, produzindo uma pasta fluida de microcápsula com uma concentração da fração de sólido de aproximadamente 40 %.

Exemplo Comparativo 4: O líquido da fragrância de hortelã pura, não encapsulado, (100 %) é usado para comparação.

Usando a microcápsulas obtida nos exemplos 1 a 5 e os exemplos comparativos 1 e 3, assim como o líquido de fragrância puro do exemplo comparativo 4, As seguintes avaliações são conduzidas.

(1) Executabilidade da encapsulação

Misturas para as quais a encapsulação é possível são avaliadas como “A” e aquelas para as quais a encapsulação é impossível avaliadas como “C”.

(2) Intensidade do aroma imediatamente a seguir da impressão

50 partes da pasta fluida de microcápsula obtida são adicionadas a 50 partes de um aglutinante com base em água (Vondic 1980NS, uma resina de uretano dispersa em água, fabricada pela Dainippon

Ink and Chemicals, Incorporated, fração sólida: 45 %), formando assim uma tinta de tela com base em água.

Esta tinta é impressa em papel de alta qualidade usando uma placa de tela de 100 malhas fabricada de uma Película de PET (Tetlon®, fabricado pela Teijin DuPont Films, área de superfície impressa: 3 cm x 3 cm) e depois secada por 24 horas na temperatura ambiente.

A superfície de cada um dos materiais impressos é levemente raspada com as unhas usando 10 movimentos para a frente e para trás e a intensidade do aroma de hortelã é avaliada. Porque o exemplo comparativo 4 é simplesmente o líquido de fragrância puro, o mesmo não pode ser misturado com o aglutinante com base em água e assim o aroma do líquido puro é avaliado.

A avaliação é conduzida pela avaliação sensorial usando um painel de gênero misturado de 5 voluntários. O material impresso é levado gradualmente mais próximo ao nariz, a distância máxima (cm) na qual o aroma pode ser detectado é medida e então pontos são concedidos com base nos seguintes critérios. 12 cm ou mais: 5 pontos (o aroma é detectável mesmo quando a 12 cm ou mais do nariz), 9 cm ou mais mas menos do que 12 cm: 4 pontos, 6 cm ou mais mas menos do que 9 cm: 3 pontos, 3 cm ou mais mas menos do que 6 cm: 2 pontos, 0 cm ou mais mas menos do que 3 cm: 1 ponto e 0 pontos se o aroma é indetectável mesmo no contato (mesmo a 0 cm). A contagem máxima possível é 25 pontos.

(3) Intensidade de aroma depois de repousar por 1 semana a 40°C a seguir da impressão

Cada um dos materiais impressos de (2) acima é deixado repousar por 1 semana a 40°C e depois, mais uma vez, a superfície do material impresso é levemente raspada com as unhas usando 10 movimentos para a frente e para trás e a intensidade do aroma de hortelã é avaliado da mesma maneira como descrito em (2) acima.

(4) Estabilidade dentro do solvente orgânico

Cada uma das pastas de microcápsula produzidas é pulverizada usando um secador por pulverização, produzindo um pó de microcápsula.

5 30 partes deste pó é adicionado a 70 partes de tolueno e a mistura é armazenada em um recipiente selado por 1 semana a 25°C. Subseqüentemente, o tolueno é separado por evaporação sob condições de temperatura ambiente. No caso do exemplo comparativo 4, 30 partes do líquido de fragrância puro é adicionado diretamente a 70 partes de tolueno.

10 As microcápsulas que permaneceram depois da evaporação são rompidas raspando-se levemente com as unhas usando 10 movimentos para frente ou para trás e a intensidade do aroma é avaliado da mesma maneira como descrito em (2) acima.

Os resultados obtidos são mostrados na Tabela 1.

15 [Tabela 1]

	Executabilidade da encapsulação	Intensidade do aroma imediatamente depois da impressão	Intensidade do aroma a seguir de 1 semana a 40°C	Estabilidade em solvente orgânico
Exemplo 1	A	21	19	19
Exemplo 2	A	21	20	19
Exemplo 3	A	20	18	18
Exemplo 4	A	21	19	18
Exemplo 5	A	22	15	14
Exemplo Comparativo 1	A	22	7	7
Exemplo Comparativo 2	C	-	-	-
Exemplo Comparativo 3	A	22	9	8
Exemplo Comparativo 4	-	25	1	0

Como está evidente da Tabela 1, as microcápsulas dos Exemplos 1 a 5 permitiram que o aroma da fragrância fosse favoravelmente retido. Isto é porque nas condições de 40°C, o material encapsulado é um semi-sólido, permitindo que a volatilidade da fragrância fosse suprimida.

Além disso, as microcápsulas também não exibiram nenhuma interação com o tolueno da fase externa e são capazes de serem misturadas em uma maneira estável.

Ao contrário, em ambos os Exemplos Comparativos 1 e 3, 5 porque o material encapsulado é um líquido, o mesmo escapou gradualmente através de poros finos na membrana de resina de melamina, significando que o aroma não pôde ser retido durante um período prolongado. Além disso, no solvente orgânico, é considerado que porque o material encapsulado é um líquido, um mecanismo que procura obter a co-solubilidade com o tolueno 10 retira a fragrância líquida para fora na fase externa.

No Exemplo Comparativo 4, o líquido de fragrância puro volatilizou ao mesmo tempo como a evaporação do tolueno.

O exemplo comparativo 3 representa um exemplo em que um fixativo convencionalmente usado é usado para suprimir a volatilização da 15 fragrância e prolongar a retenção do aroma. Os exemplos de fixativos típicos incluem álcool benzílico (ponto de fusão: 15°C), benzoato de benzila (ponto de fusão: 21°C), citrato de trietileno (ponto de fusão: -55°C) e dipropileno glicol (ponto de fusão: -40°C) e todos estes têm um ponto de fusão mais baixo 20 do que 25°C, significando que eles são incapazes de formar um semi-sólido na faixa de -20 a 60°C.

No Exemplo Comparativo 2, embora o material de encapsulação necessite permanecer um líquido durante a etapa de emulsificação da microencapsulação, é considerado que a microencapsulação 25 não pôde ser obtida porque mostrou-se impossível de manter a temperatura tanto do acelerador de emulsão líquido quanto da emulsão a uma temperatura que excede a temperatura do limite superior ($T_2 = 90^\circ\text{C}$) para a faixa de ponto de fusão da mistura.

A contagem de avaliação para o Exemplo 5 é mais baixa do que aquela para os Exemplos 1 a 4 e é considerado que isto reflete o fato de

que a estanqueidade da gelatina-goma arábica da membrana da cápsula é mais baixa do que aquela tanto da resina de melamina quanto da resina de uréia-formalina. Entretanto, os resultados para o exemplo 5 são ainda enormemente superior àqueles dos exemplos comparativos.

5 Exemplos de Produto de Consumo

As seguintes definições são usadas nos exemplos de produto de consumo que são dados abaixo. Qualquer um dos exemplos de produto de consumo dados abaixo pode compreender uma ou mais das microcápsulas que são reivindicadas ou divulgadas neste relatório descritivo.

10	LAS	alquila C ₁₁₋₁₃ benzeno sulfonato de sódio linear.
	CxyAS	alquila C _{1x} - C _{1y} sulfato de sódio.
	CxyEzS	alquila C _{1x} - C _{1y} sulfato de sódio condensado com uma média de z moles de óxido de etileno.
	CxEOy	Álcool Cx com uma média de etoxilação de y
15	QAS	R ₂ .N+(CH ₃) ₂ (C ₂ H ₄ OH) com R ₂ = C ₁₀ -C ₁₂
	Sabão	alquil carboxilato de sódio linear derivado de uma mistura 80/20 de ácidos graxos de sebo e coco.
	Silicato	Silicato de Sódio Amorfo (razão de SiO ₂ :Na ₂ O = 1,6 a 3,2:1).
20	Zeólito A	Aluminossilicato de Sódio Hidratado da fórmula Na ₁₂ (Al O ₂ SiO ₂) ₁₂ .27H ₂ O tendo um tamanho de partícula primário na faixa de 0,1 a 10 micrômetros (Peso expressado em uma base anidra).
	(Na-)SKS-6	Silicato em camadas cristalino da fórmula 5-Na ₂ Si ₂ O ₅ .
25	Citrato	Citrato de tri-sódio diidratado.
	Cítrico	Ácido cítrico anidro.
	Carbonato	Carbonato de sódio anidro.
	Sulfato	Sulfato de sódio anidro.

	MA/AA	Copolímero aleatórios de acrilato/maleato 4:1, peso molecular médio de cerca de 70.000-80.000.
	Polímero AA	Polímero de poliacrilato de sódio de peso molecular médio de 4.500.
5	PB1/ PB4	Perborato de sódio anidro monoidratado/tetraidratado.
	PC3	Percarbonato de sódio anidro [2,74 Na ₂ CO ₃ .3H ₂ O ₂]
	TAED	Tetraacetil etileno diamina.
10	NOBS	Nonanoiloxibenzeno sulfonato na forma do sal de sódio
	DTPA	Ácido dietileno triamina pentaacético.
	HEDP	Hidroxietano di fosfonato
	HEDMP	Hidroxietano di (metileno) fosfonato
	DETPMP	Dietiltriamina penta (metileno) fosfonato
15	EDDS	Sal de Na do ácido etilenodiamino-N,N'-dissuccínico, Isômero (S,S)
	Protease	Enzima proteolítica vendida sob a marca Savinase®, Alcalase®, Everlase®, pela Novozymes A/S, Properase®, Purafect®, Purafect MA® e Purafect Ox® vendidos pela Genencor e as proteases descritas nas patentes WO 91/06637 e/ou WO 95/10591 e/ou EP 0251 446.
20	Amilase	Enzima amilolítica vendida sob a marca Purastar®, Purafect Oxam® vendidos pela Genencor; Termamil®, Fungamil® Duramil®, Stainzyme® e Natalase® vendidos pela Novozymes A/S .
25	Lipase	Enzima Lipolítica vendida sob a marca Lipolase®, Lipolase Ultra® pela Novozymes A/S.
	Celulase	Enzima celulítica vendida sob a marca Carezyme®,

		Celluzyme® e/ou Endolase® pela Novozymes A/S ou uma enzima de Glicanase
5	Pectato Liase	Pectawash®, Pectaway® vendidos pela Novozymes
	Mananase	Mannaway® vendido pela Novozymes
	CMC ou HEC	Celulose modificada por Carboximetil ou Hidroxietil ou éster ou EMC
	SS Agglom.	12 % de Silicona/sílica, 18 % de álcool estearílico, 70 % de amido na forma granular [supressor de espuma aglomerado].
10	TEPAE	Tetraetilenopentaamina etoxilada.
	Photobleach	Ftalocianina de zinco sulfonada
	Microcápsula	Pasta fluida aquosa contendo cápsulas carregadas com perfume
	PH	Medido como uma solução a 1 % em água destilada a 20°C.
15	MEA borato	Borato de monoetanolamina
	HCl	Cloreto de hidrogênio
	SRP	Polímero removedor de sujeira
	PVNO	polivinilpiridina N-óxido

20 Exemplo # 6: Composições de detergente de lavagem de roupa pesada com alto teor de branqueador são preparadas:

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
<u>Pó soprado</u>								
Zeólito A	13,65	13,65	-	-	-	-	-	-
Na sulfato	22,67	22,67	24,53	30,13	-	-	-	-
LAS	6,21	6,21	5,65	-	-	-	-	-
QAS	-	-	-	2,95	-	-	-	-
MA/AA	1,42	1,42	3,50	4,25	-	-	-	-
EDDS	0,19	0,19	0,19	0,23	-	-	-	-
Abrilhantador	0,07	0,07	0,06	0,08	-	-	-	-
Mg Sulfato	0,65	0,65	0,39	0,48	-	-	-	-
HEDMP	0,17	0,17	0,17	0,21	-	-	-	-
<u>Aglomerado 1</u>								
QAS	-	-	0,9	-	-	-	-	-
Carbonato	-	-	0,45	-	-	-	-	-

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Sulfato de Na	-	-	2,45	-	-	-	-	-
<u>Aglomerado 2</u>								
C ₁₄₋₁₅ EO ₇	-	-	2,79	2,21	-	-	-	-
Sulfato de Na	-	-	6,65	6,84	-	-	-	-
<u>Aglomerado 3</u>								
LAS	-	-	-	-	13,63	14,96	-	13,63
Zeólito A	-	-	-	-	21,42	23,51	-	21,42
<u>Aglomerado 4</u>								
LAS	-	-	-	-	-	-	8,12	-
Sulfato de Na	-	-	-	-	-	-	23,54	-
Carbonato de Na	-	-	-	-	-	-	8,12	-
<u>Aditivos Secos</u>								
LAS	-	-	6,40	-	-	-	-	-
MA/AA (partícula)	-	-	0,89	0,89	0,95	0,95	0,95	0,95
TAED	3,58	3,58	3,80	2,70	5,89	5,89	6,14	-
NOBS	-	-	-	-	-	-	-	5,50
LAS (flocos)	-	-	-	27,0	-	-	-	-
Silicato R 2.0	3,85	3,85	3,85	2,80	-	-	-	-
Cítrico/citrato	3,58	3,58	3,58	3,58	3,80	3,80	3,96	3,80
Carbonato de Na	7,72	7,72	13,84	-	12,35	-	12,87	12,35
HEDP	-	-	-	-	0,48	0,48	0,50	0,48
PC3 ou PB1	11,01	11,01	11,01	8,00	8,55	8,55	8,91	8,55
Protease	0,009	0,009	0,009	0,009	0,039	0,039	0,039	0,039
Amilase	0,005	0,005	0,005	0,005	0,013	0,013	0,013	0,013
Lipase	-	-	-	-	0,002	0,002	0,002	0,002
Pectato liase	-	-	-	-	0,003	0,003	0,003	0,003
Celulase	0,003	-	0,001	-	0,0005	-	-	-
SS. aglom	0,36	0,36	0,36	0,55	0,62	0,62	0,64	0,62
Sabão	0,40	0,40	0,40	0,40	0,48	0,48	0,50	0,48
Abrilhantador	-	-	-	-	0,10	0,10	0,10	0,10
Sulfato de Na	4,48	4,48	-	-	14,30	22,85	14,90	14,30
<u>Pulverização</u>								
C ₁₂₋₁₄ EO ₇	4,00	4,00	-	-	3,00	3,00	1,00	3,00
Microcápsula 1	0,8	2,0	1,5	0,7	1,2	0,3	0,2	0,1
Microcápsula 2	-	-	-	-	0,5	1,0	-	-
Massa específica (g/L)	600	600	600	600	800	800	800	800

Exemplo # 7

As seguintes composições de lavagem de roupa, que podem estar na forma de grânulos ou tabletes, são preparadas de acordo com a presente invenção.

	I	II	III	IV	V
Produto base					
AS C _{12-C₁₅} / AS sebo	8,0	5,0	3,0	3,0	3,0
LAS	8,0	-	8,0	-	7,0
C ₁₂ C ₁₅ AE ₃ S	0,5	2,0	1,0	-	-

	I	II	III	IV	V
C ₁₂ C ₁₅ AE ₅ / AE ₃	2,0	-	5,0	2,0	2,0
QAS	-	-	-	1,0	1,0
Zeólito A	20,0	18,0	11,0	-	10,0
(Na-)SKS-6 (I) (adição seca)	-	-	9,0	-	-
MA/AA	2,0	2,0	2,0	-	-
Polímero AA	-	-	-	-	4,0
Citrato	-	2,0	-	-	-
Cítrico	2,0	-	1,5	2,0	-
DTPA	0,2	0,2	-	-	-
EDDS	-	-	0,5	0,1	-
HEDP	-	-	0,2	0,1	-
PB1	3,0	5,0	10,0	-	4,0
Percarbonato	-	-	-	18,0	-
NOBS	3,0	4,0	-	-	4,0
TAED	-	-	2,0	5,0	-
Carbonato	15,0	18,0	8,0	15,0	15,0
Sulfato	5,0	12,0	2,0	17,0	3,0
Silicato	-	1,0	-	-	8,0
Microcápsula	0,5	0,2	1,3	0,7	2,0
Protease	0,033	0,033	0,033	0,046	0,033
Lipase	0,008	0,008	0,008	0,008	0,006
Amilase	0,001	0,001	0,001	0,0014	0,001
celulase	0,0014	0,0014	0,0014	0,01	-

Exemplo # 8: Os seguintes detergentes granulares são preparados:

	I	II	III	IV	V	VI	VII
LAS	7,23	8,46	6,50	7,09	11,3	16,0	16,0
QAS	0,75	-	0,60	0,60	1,00	-	-
C ₁₄₋₁₅ EO ₇	3,50	5,17	3,50	3,70	3,50	-	-
C ₁₂₋₁₄ AE ₃ S	0,25	-	-	-	-	0,70	1,0
C ₁₂₋₁₄ - N ⁺ (CH ₃) ₂ (C ₂ H ₄ OH)	-	-	-	-	-	0,50	0,50
Na tripolifosfato	18,62	25,00	18,62	24,00	45,00	15,0	18,0
Zeólito A	-	-	0,79	-	-	0,18	0,3
Ácido cítrico	1,29	-	1,29	-	-	-	-
Silicato de sódio	3,10	8,00	4,26	3,87	10,00	8,0	6,0
Carbonato de sódio	18,04	11,00	18,04	18,98	0,42	14,5	16,0
Sulfato	17,58	3,98	19,93	15,48	10,13	30,0	30,0
CMC	-	-	-	-	-	0,20	0,20
AA/MA	2,15	1,50	1,85	1,60	1,94	0,1	0,05
Polímero AA	-	-	-	-	-	-	1,20
Polímero de etoxilado de amina	0,60	-	0,49	-	-	-	1,25
Polímero de poliamina cíclico	0,07	-	0,07	-	-	-	-
Percarbonato	13,5	-	10,77	-	-	-	-
PB1/PB4	-	9,0/9,0	-	10,45/0	2,37/0	-	-
TAED	2,50	5,00	1,58	1,52	0,66	-	-

	I	II	III	IV	V	VI	VII
DTPA	0,34	0,34	0,37	0,39	0,24	0,30	0,30
Mg Sulfato	1,37	1,43	1,37	1,41	0,58	-	-
Protease	0,005	0,011	0,006	-	-	0,006	0,003
Amilase	0,001	0,003	0,001	0,001	-	-	0,001
Celulase	0,0003	0,0002	0,0003	0,0003	-	-	-
Abrilhantador	0,10	0,17	0,08	0,08	0,08	0,23	0,15
Microcápsula 1	0,6	1,2	1,5	0,2	0,1	1,9	0,7
Microcápsula 2	-	-	-	0,5	1,8	-	-

Exemplo # 9: As seguintes composições de detergente de tecido granular que fornecem “amaciamento através da lavagem” são preparadas:

	I	II	III	IV
C ₁₂₋₁₅ AS	0,3	3,43	2,52	1,05
LAS	11,0	5,3	6,55	7,81
C ₁₂₋₁₄ AE ₃ S	-	0,74	0,33	-
LAS (semi ramificado)	-	-	1,71	1,37
C ₁₄₋₁₅ EO ₇	-	-	1,71	1,37
QAS	-	1,57	1,20	1,35
Ácido cítrico	2,5	1,28	1,28	1,28
(Na-)SKS-6	4,0	4,71	4,96	4,71
Zeólito A	2,0	13,51	11,31	15,6
Percarbonato	6,5	9,03	9,03	10,3
TAED	1,5	2,48	2,48	3,22
EDDS	0,1	0,1	0,1	0,1
HEPD	1,2	0,20	0,20	0,20
Argila esmectita	10,0	-	13,84	-
Óxido de polietileno (PM aprox. 300.000)	0,2	0,22	0,22	-
Microcápsula 1	0,5	0,4	0,3	1,7
Microcápsula 2	-	0,3	-	-
Protease	0,011	0,009	0,009	0,009
Amilase	0,002	0,001	0,001	0,001
Celulase	-	0,0006	0,0006	0,0006
Na carbonato	25,0	29,68	30,52	28,30
Sulfato de magnésio	0,1	0,03	0,03	0,03
Supressor de espuma	1,0	1,0	1,0	1,0
EMC	-	1,10	1,10	1,10
HEC	0,8	-	-	-
Sulfato de sódio	18,0	Equilíbrio	Equilíbrio	Equilíbrio

Exemplo # 10: As seguintes formulações de detergente líquidas são preparadas:

	I	II	III	IV	V	VI
LAS	7,8	2,2	4,4	12,2	5,7	1,3
Alquil éter sulfato de sódio	-	-	14,4	-	9,2	5,4
Etoxitolato de alquila	5,7	8,8	2,2	8,8	8,1	3,4
Aminoóxido	1,0	1,5	0,7	1,5	-	-
Ácido graxo	5,3	8,3	3,0	8,3	-	-

	I	II	III	IV	V	VI
Ácido cítrico (50 %)	1,1	6,8	2,0	3,4	1,9	1,10
Formiato de Ca e Na	-	-	0,2	-	-	-
Cumeno sulfonato de Na	0,8	2	-	2,0	-	-
Borato	-	-	1,5	2,4	2,9	-
MEA borato	1,5	2,4	-	-	-	-
Na hidróxido	3,2	3,2	3,0	4,9	1,9	1,0
Etanol	1,4	1,4	2,5	1,4	1,5	-
1,2 Propanodiol	4,9	5,0	6,6	4,9	4,0	-
Sorbitol	-	-	-	-	4,0	-
Etanolamina	0,5	0,8	1,5	0,8	0,1	-
TEPAE	0,4	0,4				
Protease	0,02	0,028	0,04	0,028	0,04	-
Lipase	-	-	-	-	0,002	-
Amilase	0,001	0,002	0,0002	0,01	-	-
PVNO	-	-				
Abrilhantador	0,1	0,14	0,15	0,2	0,12	0,12
Antiespumante de silicona	-	-	-	0,05	-	-
Mananase	0,0004	0,0006	-	-	-	-
Celulase	0,0003	0,0002	0,0003	-	-	-
Polímero de aminoetoxilato	0,8	1,3	1,8	2,1	-	-
AA ou MA/AA	-	-	-	-	0,6	0,2
Mistura de DTPMP, DTPA, EDTA	0,3	0,3	0,1	-	-	0,1
Microcápsula 1	0,5	1,9	0,3	1,2	0,7	0,5
Microcápsula 2	-	-	0,5	-	0,2	-

Exemplo # 11: As seguintes composições de detergente líquido que fornecem “amaciamento através da lavagem” são preparadas:

	I	II	III	IV	V	VI
LAS	16,0	16,0	16,0	16,0	16,0	16,0
C ₂₄ EO ₇	2,0	2,0	2,0	1,2	1,2	1,2
Ácido cítrico	2,5	2,5	2,5	1,5	1,5	1,5
Ácido graxo	11,4	11,4	11,4	6,84	6,84	6,84
Protease	0,48	0,48	0,48	0,35	0,35	0,35
Amilase	0,13	0,13	0,13	0,08	0,08	0,08
Metaborato de Na	1,3	1,3	1,3	0,79	0,79	0,79
Quelante	1,5	1,5	1,5	0,9	0,9	0,9
Amina	-	0,08	0,08	0,05	-	0,05
Abrilhantador	0,14	0,14	0,14	0,09	0,09	0,09
Estruturante	0,018	0,018	0,018	0,26	0,26	0,26
Etanol	0,76	0,76	0,76	2,38	2,38	2,38
1,2 propanodiol	8,0	8,0	8,0	4,82	4,82	4,82
Na hidróxido	6,2	6,2	6,2	3,8	3,8	3,8
Solvente	2,0	2,0	2,0	1,2	1,2	1,2
Silicona	0,2	0,2	0,2	0,12	0,12	0,12
Dispersante	0,06	0,06	0,06	0,04	0,04	0,04
Perfume	0,81	-	0,6	0,48	0,65	0,40
Pigmento	0,004	0,003	0,005	0,003	0,003	-

	I	II	III	IV	V	VI
Argila bentonita	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36	0,36
Microcápsula 1	-	2,0	0,5	0,7	0,3	-
Microcápsula 2	-	-	-	0,3	1,2	0,7

Exemplo # 12: As seguintes formulações de detergente líquido concentradas são preparadas:

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
MEA	8,6	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
Propanodiol	19,5	22,0	21,9	21,8	21,0	21,0	22,0	21,9
Solução de sulfito	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	-	-
C ₂₄ EO ₇	19,6	19,5	19,6	19,4	19,8	19,8	19,8	19,8
Abrilhantador	0,28	0,38	-	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
LAS	23,7	23,0	23,1	22,9	23,3	23,3	23,3	23,3
Dispersante	32,2	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
Ácido graxo	17,3	17,3	17,4	17,3	17,6	17,6	17,6	17,6
Perfume	1,5	-	1,5	1,6	0,9	-	1,5	1,6
Protease	1,16	1,16	1,16	1,16	-	-	-	-
Amilase	-	0,14	0,14	0,14	-	-	-	-
Mananase	-	0,12	0,12	0,12	-	-	-	-
Pigmento	0,002	0,001	0,005	0,005	0,004	0,004	0,001	0,001
Agente antimicrobiano	0,0006	-	-	-	-	-	-	-
Conservante: Glutaraldeído	0,001	-	-	-	-	-	-	-
Argila bentonita	0,2	-	-	-	-	-	-	-
Estruturante	0,2	-	-	-	-	-	-	-
Microcápsula 1	2,5	3,5	-	1,1	-	2,0	1,7	-
Microcápsula 2	-	-	2,0	1,2	4,0	2,0	-	3,5

Exemplo # 13: As seguintes composições amaciantes de tecido líquidas concentradas/diluídas são preparadas:

Ingredientes	1	2
Ativo amaciante: Rewoquat V3682 da Goldschmidt	17,61	5,2
Silicona: Agente antiespumante: MP10 da Dow Corning	0,01	0,004
HEDP (sal sódico)	0,17	-
HCl	0,005	0,013
SRP: Texcare 3639 da Clariant	0,05	-
CaCl ₂	0,035	-
Estabilizador: PEG-4K Pluriol E4050E	0,50	-
Conservante: glutaraldeído 50 % - da BASF	-	0,025
Perfume	-	0,32
Pigmento	0,003	0,0006
Microcápsula	4,0	2,0
Água desmineralizada	Equil.	Equil.

Exemplo # 14 Os seguintes condicionadores capilares são preparados.

Ingredientes	1	2	3
Estearamidopropildimetil amina	2,0	1,0	
Cloreto de beeniltrimetil amônio			3,4
Quatérnio 18		0,75	
PEG-2M		0,5	
Cera emulsificante		0,5	
Ácido L-glutâmico	0,64		
Álcool cetílico	2,5	0,96	2,0
Álcool estearílico	4,5	0,64	3,6
Dimeticona/cicloometicona (mistura 15/85)		4,2	
Dimeticona	4,2		4,2
Hidroxietil celulose		0,25	
Monoestearato de glicerila		0,25	
Perfume adicional	0,3	0,2	0,2
Microcápsulas Chemitech	0,4		0,6
Microcápsulas Chemitech		0,4	
Ácido cítrico		0,13	
NaOH			0,014
Álcool benzílico	0,4	0,4	0,4
EDTA	0,1	0,1	
Kathon	0,0005	0,0005	0,0005
EDTA dissódico			0,127

Exemplo #15: Os seguintes xampus são preparados:

Componente	Exemplo Nº			
	1	2	3	4
Água USP Purificada & Menores	Q.S. para 100	Q.S. para 100	Q.S. para 100	Q.S. para 100
Laureth Sulfato de Amônio	10	11,67	10	6
Lauril Sulfato de Amônio	6	2,33	4	10
Cocamidopropil betaina	-	2	-	-
Cocamida MEA	-	0,8	0,8	0,8
Ácido cítrico	0,04	0,04	0,04	0,04
Citrato de sódio diidratado	0,45	0,45	0,45	0,45
EDTA dissódico	0,1	0,1	0,1	0,1
Kathon	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005
Benzoato de sódio	0,25	0,25	0,25	0,25
EDTA dissódico	0,1274		0,1274	0,1274
Álcool cetílico	-	0,6	0,9	0,6
Diestearato de etileno glicol		1,5	1,5	1,5
Poliox PEG7M	-	-	0,1	-
Triidroxiestearina (Thixin R, Rheox)	0,25			
Poliquatérnio-10 (KG30M)	0,5		0,15	
Poliquatérnio-10 (LR30M)	-	-	-	0,25
Cloreto 1 de Guar Hidroxipropiltrimônio		0,5	-	-
Dimeticona (Viscasil 330M)	-	1,4		4,0
Microemulsão de dimeticona (Dow 1664)			5,0	
Piridinotiona zinco		1		
Microcápsulas Chemitec (1)	1	1,5	0,5	
Microcápsulas Chemitec (2)			0,5	0,8
Perfume adicional	0,3	0,7	0,2	0,7
Cloreto de sódio	0-3	0-3	0-3	0-3
Xileno sulfonato de amônio	0-3	0-3	0-3	0-3

Embora as formas de realização da presente invenção tenham sido ilustradas e descritas, está óbvio para aqueles habilitados na técnica que várias outras mudanças e modificações podem ser feitas sem divergir do espírito e escopo da invenção. É portanto intencionado abranger nas 5 reivindicações anexas todas de tais mudanças e modificações que estão dentro do escopo desta invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto de consumo, caracterizado pelo fato de que compreende uma microcápsula de resina de melamina;
 - em que a microcápsula encapsula uma mistura homogênea que
- 5 compreende uma substância volátil e um aditivo mutuamente dissolvido na substância volátil;
 - em que o aditivo tem um ponto de fusão que é pelo menos igual a ou maior do que 25°C;
 - 10 em que o ponto de fusão do aditivo é maior do que um ponto de fusão da substância volátil;
 - 15 em que a mistura homogênea tem uma faixa de ponto de fusão tal que pelo menos uma porção da faixa de ponto de fusão está entre cerca de 0°C e cerca de 60°C, tal que a mistura homogênea está em um estado semi-sólido de cerca de 0°C a cerca de 60°C.
- 20 2. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a pelo menos uma porção da faixa de ponto de fusão da mistura homogênea está entre cerca de 10°C e cerca de 60°C, tal que a mistura está em um estado semi-sólido de cerca de 10°C a cerca de 60°C.
- 25 3. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a pelo menos uma porção da faixa de ponto de fusão da mistura homogênea está entre cerca de 20°C e cerca de 60°C, tal que a mistura está em um estado semi-sólido de cerca de 20°C a cerca de 60°C.
- 30 4. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aditivo é um composto com um ponto de fusão dentro de uma faixa de cerca de 25°C a 200°C.
- 35 5. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a substância volátil é um ou mais reagentes selecionados do grupo consistindo de fragrância, óleos essenciais a base de planta, desodorantes e desodorizantes.

6. Produto de consumo de acordo a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a substância volátil é selecionada de uma fragrância consistindo de um perfume, uma mistura de perfume e sistemas de perfume.

5 7. Produto de consumo de acordo a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a substância volátil compreende uma substância volátil líquida antes de ser misturada com o aditivo.

10 8. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aditivo é um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de composto lipofílico, alcoóis, ácidos carboxílicos, hidroxil ácidos e parafina.

9. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a mistura compreende de 10 a 200 partes em peso do aditivo por 100 partes em peso da substância volátil.

15 10. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um material adjunto.

20 11. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o material adjunto é um ou mais materiais selecionados do grupo consistindo de tensoativos, reforçadores, agentes quelantes, agentes inibidores da transferência de corante, dispersantes, enzimas, estabilizadores de enzima, complexos de metal catalítico, ativadores de branqueamento, peróxido de hidrogênio, fontes de peróxido de hidrogênio, perácidos pré-formados, fotobranqueadores, agentes de dispersão poliméricos, 25 agentes de remoção/anti-red deposição de sujeira argilosa, abrillantadores, supressores de espuma, corantes, perfumes, agentes elasticizantes de estrutura, amaciantes de tecido, carregadores, hidrótopos, auxiliares de processamento, solventes e pigmentos.

12. Método para limpar, caracterizado pelo fato de que

compreende contactar um artigo, superfície e/ou tecido com um produto de consumo como definido na reivindicação 1.

5 13. Método para limpar de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente lavar o artigo, superfície e/ou tecido.

14. Método para limpar de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente lavar o artigo, superfície e/ou tecido antes de enxaguar o artigo, superfície e/ou tecido.

10 15. Método para limpar de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a etapa de lavar o artigo, superfície e/ou tecido compreende esfregaçāo ou agitação mecânica.

16. Método para lavar tecido, caracterizado pelo fato de que compreende contactar um tecido com uma solução que compreende um produto de consumo como definido na reivindicação 1.

15 17. Método para lavar tecido de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que a solução compreende um pH de cerca de 8 a cerca de 10,5 e adicionalmente compreende fornecer o produto de consumo nas concentrações de cerca de 500 ppm a cerca de 15000 ppm em solução, uma temperatura de água de cerca de 5°C a cerca de 90°C e a razão de água para tecido de cerca de 1:1 a cerca de 30:1.

20 18. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o produto de consumo é um ou mais produtos selecionados do grupo consistindo de composições de detergente para lavagem de roupa, composições para lavagem de roupa, composições de detergente para lavagem de roupa com branqueamento, detergentes granulares, composições de detergente granular para tecido, formulações de detergente líquido, composições de detergente líquido com amaciante de tecido, formulações de detergente líquido concentrado, composições de amaciamento de tecido líquidas concentradas/diluídas, branqueadores,

produtos de limpeza e xampus.

19. Método para fazer um produto de consumo como definido na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende:

homogeneizar a mistura; e

5 adicionar água à mistura.

20. Método de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende:

adicionalmente adicionar um agente de estruturação à mistura;

ajustar a densidade da mistura; e

10 adicionar um dispersante, agente anti-sedimentação, ou uma

combinação dos mesmos à mistura.

RESUMO**"PRODUTO DE CONSUMO, E, MÉTODOS PARA LIMPAR, PARA
LAVAR TECIDO E PARA FAZER UM PRODUTO DE CONSUMO"**

Uma microcápsula que é capaz de reter estavelmente um agente de benefício tal como uma substância volátil por um período prolongado, e que também é adequada para encapsular fragrâncias e outros. Tal cápsula encapsula uma mistura que compreende uma substância volátil, e um aditivo que tem um ponto de fusão mais alto do que a substância volátil e é capaz de sofrer dissolução mútua com a substância volátil, em que a mistura exibe uma faixa de ponto de fusão, e uma porção, ou toda desta, faixa de ponto de fusão cai dentro de uma faixa de - 20 a 60°C. A presente invenção também diz respeito a produtos de consumo incluindo composições de limpeza e/ou tratamento que compreendem tais microcápsulas e processos de fabricar e usar as mesmas.