

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 874 671**

51 Int. Cl.:

A61Q 13/00 (2006.01)
A61K 8/04 (2006.01)
A61K 8/36 (2006.01)
A61K 8/37 (2006.01)
A61K 8/39 (2006.01)
A61K 8/60 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)
D06M 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.10.2017 PCT/EP2017/076462**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **26.04.2018 WO18073238**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.10.2017 E 17784299 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.03.2021 EP 3528902**

54 Título: **Composición de gel vibrante**

30 Prioridad:

18.10.2016 EP 16194399

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.11.2021

73 Titular/es:

**FIRMENICH SA (100.0%)
7, Rue de la Bergère
1242 Satigny, CH**

72 Inventor/es:

**TCHAKALOVA, VERA y
BELLOUARD, CLAUDIE**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 874 671 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de gel vibrante

Campo de la Invención

- 5 La presente invención se refiere al campo de los sistemas de solubilización de líquidos. Más específicamente, la presente invención se refiere a una composición de gel vibrante, es decir, una composición auto-espesada que tiene un comportamiento viscoelástico y una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a 20°C a una velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹, el gel vibrante que comprende una fase acuosa, un sistema de tensioactivo que consiste esencialmente de tensioactivo no iónico, un enlace y una fase de aceite que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un perfume.
- 10 Los productos de consumo que comprenden o consisten de la composición de gel vibrante, tal como un potenciador de aroma de detergente líquido autoespesado también son parte de la presente invención.

Antecedentes de la Invención

- 15 Las fragancias desempeñan un papel importante en la percepción del rendimiento de los productos y, por lo tanto, frecuentemente determinan la elección del consumidor para un producto determinado. En detergentes, limpiadores de superficies duras o productos para el cuidado personal o corporal, las fragancias se incorporan como un aceite libre y/o se encapsulan en microcápsulas para brindar un olor agradable a la piel o los tejidos.

Cuando las fragancias están presentes como un aceite libre, los principales desafíos son el rendimiento mejorado de la fragancia y la larga duración de la percepción olfativa durante y después del uso, por ejemplo, después de enjuagar y secar la piel o los tejidos.

- 20 Cuando se usan microcápsulas, proporcionan una dispersión estable de esas microcápsulas en el producto de consumo es uno de los parámetros clave para la calidad del producto.

- 25 Las combinaciones de un aceite con fragancia libre y microcápsulas que contienen fragancia en un producto de consumo dado pueden brindar beneficios como la solubilización de una mayor cantidad de fragancia, el rendimiento de la fragancia altamente mejorado o la liberación controlada de la fragancia bajo estímulos como temperatura, fricción, oxidación y otros. Por otro lado, se acumulan las dificultades relacionadas con la solubilización homogénea exitosa del aceite libre y la dispersión estable de las microcápsulas.

En la publicación de patente US2007071780, el rendimiento de la fragancia se mejora mediante una combinación adecuada de ingredientes de perfumería que componen la fragancia final.

- 30 En la publicación WO2005/017080, se usa una microemulsión que contiene tensioactivos no iónicos, alquilpirrolidona y copolímero en bloque para mejorar la deposición de fragancia en tela de productos de consumo de productos de lavandería o suavizante de telas. Se afirma que la mayor superficie de contacto de las gotitas con fragancia en la microemulsión, así como la buena humectación asegurada por el agente humectante alquil pirrolidona, son la razón de la deposición de fragancia mejorada y, por lo tanto, el rendimiento.

- 35 El documento EP0813862 divulga una formulación de microemulsión que contiene una gran cantidad de fragancia no encapsulada para la aplicación de suavizante de telas.

Sin embargo, el enfoque de microemulsión no permite la suspensión estable exitosa de microcápsulas debido a la baja viscosidad newtoniana de la formulación.

- 40 Usualmente, la viscosidad apropiada necesaria para una suspensión estable de microcápsulas se logra mediante el uso de sistemas estructurantes externos como el polímero de acrilato, gomas estructurantes (goma de xantano), almidón, agar, hidroxil alil celulosa. Ejemplos de tales enfoques se describen respectivamente en US2014/0017307 y WO2010/048154.

Las formulaciones de auto-espesamiento compuestas principalmente por fases liotrópicas líquido-cristalinas también se divulgan en la literatura.

- 45 Por ejemplo, el documento WO2014/085286 divulga un rendimiento mejorado de fragancia de cápsulas que contienen fragancia dispersas en fases de agente tensioactivo cristalino líquido liotrópico antes de dispersarse en un producto de consumo. En este documento, las fases cristalinas líquidas liotrópicas del agente tensioactivo son una fase cristalina líquida continua en aceite que comprende agentes tensioactivos tanto aniónicos como catiónicos, que es un factor limitante para la compatibilidad de la composición en un producto de consumo. Además, otra desventaja de las fases liotrópicas líquido-cristalinas es que exhiben una alta viscosidad, lo que requiere un alto coste de cizallamiento.

- 50 El documento US 9,328,319 se refiere a una microemulsión para el cuidado de tejidos que tiene microcápsulas de perfume. Sin embargo, la composición requiere el uso de un espesante para suspender microcápsulas dentro de la composición.

Los sistemas alternativos de solubilización atractivos son los llamados “geles vibrantes”, que son formulaciones auto-espesadas con una viscosidad más baja que la de las fases cristalinas líquidas.

5 El documento US2011/0268683 divulga una composición de agente tensioactivo en gel vibrante vertible que comprende una mezcla de por lo menos un agente tensioactivo aniónico que tiene una cadena de carbono C₈-C₁₈ y por lo menos un agente tensioactivo zwitteriónico o anfotérico que tiene una cadena de carbono C₈-C₁₈.

Otro ejemplo de gel vibrante se divulga en el documento US2002/034489 que describe una composición de gel vibrante que comprende (a) una fase de tensioactivo; (b) una fase oleosa; y (c) un agente benéfico.

La fase de tensioactivo en este documento contiene por lo menos un tensioactivo aniónico, por lo menos un anfotérico, por lo menos un tensioactivo no iónico.

10 La publicación US 2003/0012759 divulga un procedimiento para fabricar un nanogel vibrante con bajos niveles de emulsionantes. El nanogel de aceite en agua se espesa por una fase oleosa y un componente de silicona que se autoestructura para aumentar la viscosidad compleja de la composición y formar el nanogel. La preemulsión, que contiene el componente de silicona, la fase oleosa y la fase acuosa, se somete a un tratamiento de alto cizallamiento y alta presión. Las composiciones ejemplificadas en este documento comprenden un tensioactivo aniónico. Además,
15 un inconveniente del procedimiento es que el procedimiento de formación de gel de alta presión/cizallamiento requiere alta energía y, por lo tanto, es ineficaz en cuanto al coste.

Por lo tanto, todas las técnicas anteriores mencionadas tienen una aplicación limitada porque comprenden por lo menos un agente tensioactivo cargado, aniónico y/o catiónico, susceptibles de interactuar con la formulación del producto de consumo cuando se incluyen en el mismo.

20 Por lo tanto, existe la necesidad de proporcionar una composición compatible con diferentes aplicaciones que exhiba un rendimiento mejorado, por ejemplo, en términos de rendimiento de fragancia en diferentes sustratos tales como tejidos, piel o cabello y tendría propiedades de suspensión estables para, por ejemplo, suspender las microcápsulas en su interior.

25 La composición de gel vibrante de la invención resuelve este problema ya que mejora el rendimiento de la fragancia en comparación con un sistema de microemulsión y demuestra propiedades de suspensión para partículas sólidas mientras muestra una baja viscosidad a cizallamiento cero con un sistema no cargado.

Sumario de la Invención

30 Un primer aspecto de la presente invención es, por lo tanto, una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, la composición comprende:

- una fase acuosa,

- un sistema tensioactivo que consiste esencialmente en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,

35 - un enlazador elegido en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos, y

- una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume.

Un segundo aspecto de la presente invención es un sistema de dispersión de microcápsulas que comprende un gel vibrante como se define en la invención.

40 Un tercer objeto de la presente invención es un producto de consumo que comprende la composición de gel vibrante o el sistema de dispersión de microcápsulas como se definió anteriormente.

Finalmente, un último objeto de la presente invención es el uso de una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a una velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, la composición comprende:

45 - una fase acuosa,

- un sistema tensioactivo que consiste esencialmente en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,

50 - un enlazador elegido en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos, y

- una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume.
- para suspender microcápsulas sin sedimentación en un producto líquido.

Breve descripción de las figuras

- 5 La figura 1a es una gráfica de la viscosidad en función de la velocidad de cizallamiento para un gel vibrante (RGG) de acuerdo con la presente invención y para una microemulsión (mE).
- La Figura 1b es una gráfica de viscosidad en función de la tensión para un gel vibrante (RGG) de acuerdo con la presente invención. El valor de la tensión correspondiente al máximo de la viscosidad es el límite elástico.
- La Figura 2 es una gráfica de modulii en función de la frecuencia angular para un gel vibrante (RGG) de acuerdo con la presente invención.
- 10 La Figura 3 es una gráfica del factor de calidad (Q) en función de la frecuencia angular para un gel vibrante (RGG).
- Las Figuras 4a y 4b son imágenes que representan, respectivamente, una microemulsión (izquierda) que comprende un 2% de microcápsulas y un gel vibrante (derecha) de acuerdo con la invención que comprende un 2% de microcápsulas.
- 15 La Figura 5 representa el análisis del espacio de cabeza de diferentes materias primas para un gel vibrante de acuerdo con la invención en comparación con una microemulsión (no se aplica sobre ningún sustrato).
- La Figura 6 representa el análisis del espacio de cabeza de diferentes materias primas para un gel vibrante de acuerdo con la invención en comparación con una microemulsión (aplicada sobre toallas).

Descripción detallada de la invención

- 20 A menos que se indique lo contrario, los porcentajes (%) están previstos a designar el porcentaje en peso de una composición.
- La presente invención ha determinado ahora una manera de mejorar la deposición de fragancia sobre un sustrato húmedo o un sustrato seco. Sorprendentemente, se ha encontrado que una composición auto-espesada que comprende un sistema de tensioactivo esencialmente no iónico podría mejorar significativamente el rendimiento del
- 25 ingrediente activo contenido en el mismo mientras que es adecuado para ser usado en todo tipo de productos de consumo.
- El gel vibrante de acuerdo con la invención también ha demostrado ser particularmente adecuado para suspender materiales encapsulados.
- 30 Por lo tanto, un primer aspecto de la presente invención es una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a una velocidad de cizallamiento de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, la composición comprende:
- una fase acuosa,
 - un sistema de tensioactivo que consiste esencialmente de uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema de tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,
 - 35 - un enlazador elegido en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos, y
 - una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume.
- De acuerdo con la invención, un "gel vibrante" debe entenderse como un tipo específico de gel que tiene una consistencia firme similar a la gelatina que vibra y regresa a su configuración original cuando se la golpea ligeramente.
- 40 Por lo general, está formado por una red bicontinua de micelas ramificadas similares a gusanos o fases cúbicas fundidas con una estructura bicontinua y aparece multicolor cuando se observa la solución a granel con filtros polarizados.
- El gel vibrante de la presente invención es un gel físico caracterizado por varios parámetros reológicos, definidos notablemente por su baja viscosidad (cuando se compara con las fases cristalinas líquidas, por ejemplo) y su
- 45 comportamiento viscoelástico bajo condiciones reológicas dinámicas.
- Las viscosidades en estado estacionario y dinámico se midieron usando el modelo de reómetro AR-2000 de TA Instruments V5.4.0. Los experimentos se realizaron con un cono de acero de 40 mm con un ángulo de 2° . El espacio entre el cono y la placa, sobre la cual se deposita la composición, fue de $52\mu\text{m}$.

Viscosidad en estado estacionario: comportamiento no newtoniano

De acuerdo con la invención, el comportamiento de flujo del gel vibrante es no newtoniano, adelgazamiento por cizallamiento con un límite elástico aparente. Los valores de viscosidad a 20°C a una velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹ están comprendidos entre 0,1 y 1000 Pa.S, preferentemente entre 1 y 100 y más preferentemente entre 10 y 100 Pa.s.

Una curva típica de la viscosidad en función de la velocidad de corte se representa en la figura 1a.

El gel vibrante de acuerdo con la invención también se puede definir como que tiene un comportamiento de flujo de plástico de Bingham que es bien conocido por las personas experimentadas en la técnica.

Significa que el gel vibrante de acuerdo con la invención no fluye a menos que se someta a una tensión de cizallamiento suficiente.

Una curva típica de la viscosidad como función de la tensión se representa en la figura 1b.

Viscosidad dinámica: módulo de almacenamiento G', módulo de pérdida G'', factor de calidad Q y tiempos de relajación I

• *Módulo de almacenamiento G', módulo de pérdida G''*

El gel vibrante tiene un comportamiento viscoelástico, estudiado mediante la aplicación de deformaciones sinusoidales (esfuerzo) a diferentes frecuencias angulares ω . La tensión de cizallamiento desarrollada por el sistema en respuesta a las deformaciones también es sinusoidal, que está desfasada con el esfuerzo. El módulo de cizallamiento complejo es $G^* = G' + G''$, en el que G' y G'' se definen como un módulo de almacenamiento y un módulo de pérdida, respectivamente. La elasticidad (G') y la viscosidad (G'') del material se expresan mediante estos dos módulos.

El comportamiento viscoelástico típico de un gel vibrante como se define en la presente invención bajo deformaciones oscilatorias a diferentes frecuencias se presenta en la figura 2. El barrido de frecuencia se realizó a una tensión fija igual a 1Pa y a frecuencias angulares en el intervalo de 0,1 a 500 rad/s. La temperatura se mantiene constante a 20°C. A bajas frecuencias de oscilación, el gel se comporta como un fluido viscoso con $G'' > G'$. Después, a una frecuencia angular dada, el módulo elástico G' supera el módulo viscoso G'' y alcanza una meseta o un máximo. Además, en altas frecuencias de oscilación, aparece un próximo cruce entre G' y G''.

• *Tiempos de relajación τ*

Los puntos de cruce de las curvas G', G'' = f(ω) determinan los tiempos de relajación del material como el valor recíproco de la frecuencia angular.

El primer punto de cruce entre G' y G'' corresponde al tiempo de relajación más largo (τ_1) de la estructura interna que indica la llamada "transición al flujo". El segundo punto de cruce corresponde al tiempo de relajación más corto e indica la llamada "Transición coriácea" del material.

El gel vibrante se caracteriza por un tiempo de relajación bajo (τ_1) (típicamente $\tau_1 = 0,05-0,5s$).

• *Factor de calidad Q*

«Vibrante» es un término usado en la presente invención para mencionar la capacidad del gel para vibrar en un intervalo específico de frecuencias y, por lo tanto, para mantener intacta la estructura interna. El factor de calidad, que se define en la literatura como $Q = G'/G''$ determina la capacidad del sistema para propagar ondas mecánicas.

El gel de la invención se caracteriza por un factor de calidad, que aumenta en función de la frecuencia angular y alcanza un máximo por encima de 0,5, preferentemente por encima de 1 (típicamente en frecuencia entre 5-500 rad/s (1 - 80 Hz), preferentemente entre 5-300 rad/s e incluso más preferentemente entre 5-150 rad/s) en el que el gel es altamente elástico, lo que lleva a las vibraciones observadas.

Luego, después del segundo punto de cruce en el que G' y G'' aumentan fuertemente, se observa una disminución de Q.

Por lo tanto, cuando consideramos un diagrama de fase ternaria (agua/tensioactivo/fase oleosa), el gel vibrante de la presente invención es un líquido estructurado entre una microemulsión o nanoemulsión discontinua y una fase líquido-cristalina (laminar, hexagonal y cúbica).

En otras palabras, el gel vibrante de la invención no es una emulsión ni fases cristalinas líquidas.

De hecho, las microemulsiones discontinuas son fluidos newtonianos con viscosidad independiente de la velocidad de cizallamiento de la deformación aplicada. El valor de la viscosidad de cizallamiento cero es muy bajo (típicamente 0,001-1Pa.s) y el módulo elástico G' es negativo.

Además, a diferencia del gel vibrante, una microemulsión no tiene un comportamiento viscoelástico.

Con respecto a las fases cristalinas líquidas (lamelar, hexagonal, cúbica), son altamente viscosas (típicamente con una viscosidad a velocidad de cizallamiento de $0,01 \text{ s}^{-1}$ (20°C) mayor que $1000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$).

5 De acuerdo con la invención, la mezcla (tensoactivo + enlazador) debe tener un parámetro de empaquetamiento adecuado para formar una estructura ramificada como se definió anteriormente.

Típicamente, el parámetro de empaquetamiento satisface la siguiente ecuación:

$$l/3 < P \text{ (enlazador + tensoactivo)} < 1/2.$$

10 El "parámetro de empaquetamiento" (P) se define en la literatura mediante la siguiente ecuación: $P = V/l \cdot A$ en la que V es el volumen de la cola hidrofóbica de la molécula, l es la longitud efectiva de la cola hidrofóbica y A es el área ocupada por el grupo cabeza hidrofílica. Estas dimensiones se pueden calcular a partir de mediciones físicas como se describe en la literatura y se han publicado para diferentes compuestos.

De acuerdo con una realización, el sistema que consiste en el sistema de tensoactivo y el enlazador tiene un HLB (S + L) comprendido entre 11,5 y 13,5, en el que

$$\text{HLB (S + L)} = X \text{ (sistema tensoactivo)} * \text{HLB (sistema tensoactivo)} + Y \text{ (enlazador)} * \text{HLB (enlazador)}$$

15 con

- X (sistema tensoactivo) y Y (enlazador) son las concentraciones de peso del sistema tensoactivo y el enlazador respectivamente en la mezcla de sistema tensoactivo y enlazador, y

- $X \text{ (sistema tensoactivo)} + Y \text{ (enlazador)} = 1$.

20 De acuerdo con otra realización, el sistema de tensoactivo de relación en peso/(fase de aceite + enlazador) está comprendido entre 0,5 y 4, preferentemente entre 0,8 y 2.

La composición de gel vibrante de acuerdo con la invención puede comprender un disolvente, preferentemente en una cantidad de hasta 40% en peso basado en el peso total de la composición.

De acuerdo con una realización, el disolvente está presente en una cantidad de hasta 30% en peso basado en el peso total de la composición.

25 De acuerdo con otra realización, el disolvente está presente en una cantidad entre 10 y 25% en peso basado en el peso total de la composición.

Los disolventes adecuados usados en la presente invención incluyen, por ejemplo, propilenglicol, glicerol y una mezcla de los mismos.

De acuerdo con una realización, la composición de gel vibrante comprende:

30 - 45-99%, preferentemente 48-97%, más preferentemente 60-90% en peso de la fase acuosa,

- 3-50%, preferentemente 4-30%, en peso del sistema tensoactivo como se definió anteriormente,

- 0,1-35%, preferentemente 0,15-20% en peso del enlazador como se definió anteriormente

- 0,01-30%, preferentemente 0,1-20% en peso de la fase oleosa, y

- 0-40%, preferentemente 0-30%, más preferentemente 10-25% en peso del disolvente,

35 basado en el peso total de la composición.

De acuerdo con una realización particular, el gel vibrante está libre de un espesante. Un espesante se puede definir como cualquier sustancia adecuada para aumentar la viscosidad de un fluido (por ejemplo, polímero de acrilato, gomas estructurantes (goma de xantano), almidón, agar, hidroxil alilcelulosa).

De acuerdo con una realización, la composición de gel vibrante está libre de un componente de silicona.

40 El sistema de tensoactivo de acuerdo con la invención consiste esencialmente en uno o más de uno de los tensoactivos no iónicos que tienen un HLB medio entre 10 y 14.

Se puede usar uno o una combinación de tensoactivos no iónicos que tienen un HLB entre 10 y 14.

Por lo tanto, si el sistema tensoactivo comprende un tensoactivo no iónico, el HLB promedio corresponde al HLB del tensoactivo no iónico.

Por otro lado, si el sistema de tensioactivo comprende más de un tensioactivo no iónico (tensioactivos no iónicos n), el HLB promedio es el promedio de los valores HLB de los tensioactivos.

$$HLB_{promedio} = \sum_i^n X_i HLB_i$$

en la que X_i son las concentraciones de peso de los tensioactivos en el sistema tensioactivo.

- 5 Como ejemplos no limitativos de tensioactivos no iónicos, se pueden citar aquellos que pertenecen a las clases de:
- Alcoholes C_6-C_{20} alifáticos etoxilados que contienen de 2 a 30 unidades EO y/o PO (EO es óxido de etileno y PO es óxido de propileno) y en particular un alcohol éter C_{11-15} con 9 unidades de EO (tal como Tomadol[®] 1-9 o Tomadol[®] 25-9), alcohol éter C_{11-15} con 8 unidades de EO (Neodol 91-8), un éter alcohol butílico con 24 a 27 unidades de óxido de EO y/o PO (tal como PPG-24 Buteth-26 de Dow Chemical), glicéridos etoxilados y mezclas de los mismos,
- 10 - éteres POE/PPG,
- mono y poligliceril ésteres C_8-C_{20} ,
 - compuestos de éster de sacarosa tales como ésteres de sacarosa con ácido graso C_8-C_{20} (tales como ésteres de sacarosa con ácido oleico, palmítico o esteárico, como un monopalmitato de sacarosa, por ejemplo, Habo Monoester P90[®] comercializado por Compass Foods Corporation),
- 15 - hidroxilésteres de polioxietileno C_{16-60} que contienen de 10 a 40 unidades de OE, como el monooleato de polioxietilensorbitan (por ejemplo, monoésteres de sorbitol con ácido oleico, mirístico, esteárico o palmítico, por ejemplo monoéster de sorbitol con un ácido graso polietoxilado y que contiene de 10 a 40 unidades de EO también conocidos como los conocidos con los nombres comerciales Tweens[®] por ACROS Organics (Geel, Bélgica)), éster de sorbitán conocido con los nombres comerciales Span[®], o como triglicéridos de aceites de ricino polietoxilados que
- 20 contienen de 10 a 40 unidades de EO, como por ejemplo Cremophor[®] RH 40 de BASF,
- Poliglucósidos de alquilo C_8-22 (como los vendidos bajo el nombre Plantacare[®] por BASF); por ejemplo glucósidos de alcohol graso tales como glucósido de alquilo C_8-C_{16} , por ejemplo glucósido de decilo (conocido también como Plantacare[®] 2000UP), glucósido de alquilo $C_{12}-C_{16}$, por ejemplo glucósido de laurilo (conocido también como Plantacare[®] 1200UP), glucósido de alquilo C_8-C_{16} , por ejemplo cocoglucósido (también conocido como Plantacare[®] 818UP), glucósido de alquilo C_8-C_{10} , por ejemplo caprililo/glucósido de caprilo (conocido también como Plantacare[®] 810UP); o combinación de los mismos con un ácido graso, por ejemplo cocoglucósido y oleato de glicerilo (también conocido como Lamesoft[®] PO 65 por BASF),
 - Óxidos de amina.
- 30 De acuerdo con la invención, el enlazador se elige en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos.
- Se pueden citar, por ejemplo, salicilato de sodio, benzoato de sodio, lactato de sodio o sorbato de potasio como sales de ácido carboxílico.
- 35 Los ácidos grasos que se pueden usar en la presente invención incluyen, entre otros, ácido láurico, ácido mirístico, ésteres de ácido palmítico y mezclas de los mismos.
- De acuerdo con una realización, el enlazador es un alcohol con una cadena de alquilo larga.
- Por "alcoholes con cadenas de alquilo largas", significa que el número de carbono del alcohol es mayor que 9. Como ejemplo, se puede citar dodecanol, tetradecanol, hexadecanol, docosanol y mezclas de los mismos.
- 40 Preferentemente, los ésteres de ácidos carboxílicos son ésteres de ácidos carboxílicos largos (número de carbono mayor que 6).
- De acuerdo con una realización, la composición final del gel vibrante tiene una composición en el intervalo: $(0,33-P_L)/(P_S-P_L) < a < (0,5-P_L)/(P_S-P_L)$, en la que a es la fracción molar del tensioactivo no iónico, P_S es el parámetro de empaquetamiento del tensioactivo no iónico y P_L es el parámetro de empaquetamiento del enlazador. Las fracciones molares del enlazador son iguales a $(1-a)$.
- 45 De acuerdo con el uso previsto de aplicación, la composición de gel vibrante puede comprender componentes adicionales.
- Se pueden citar, como ejemplos no limitativos de componentes adicionales, aceites minerales y/o vegetales,

pigmentos, partículas inorgánicas, electrolitos, agentes de blanqueo, emolientes, agentes de enfriamiento y mezclas de los mismos.

5 Los ingredientes activos hidrófobos se eligen preferentemente del grupo que consiste en sabor, ingredientes de sabor, perfume, ingredientes de perfume, aceites esenciales, nutracéuticos, cosméticos, agentes de control de insectos, activos biocidas y mezclas de los mismos.

La naturaleza y el tipo de los agentes de control de insectos presentes en la fase hidrofóbica interna no justifican una descripción más detallada aquí, que en cualquier caso no sería exhaustiva, ya que la persona experimentada en la técnica puede seleccionarlos sobre la base de su conocimiento general y de acuerdo con el uso o aplicación previstos.

10 Ejemplos de tales agentes para el control de insectos son abedul, DEET (N,N-dietil-m-toluamida), aceite esencial de eucalipto limón (*Corymbia citriodora*) y su compuesto activo p-mentano-3,8-diol (PMD), icaridina (carboxilato de hidroxietil isobutil piperidina), nepelactona, aceite de citronela, aceite de Neem, mirto de pantano (*Myrica Gale*), carbato de dimetilo, triciclodecenil alil éter, IR3535 (ácido 3-[N-Butil-N-acetil]-aminopropiónico, etil éster, hexanodiol de etilo, ftalato de dimetilo, metoflutrin, indalone, SS220, repelentes de insectos a base de antranilato y mezclas de los mismos.

15 De acuerdo con una realización particular, el ingrediente activo hidrófobo comprende una mezcla de un perfume con otro ingrediente seleccionado del grupo que consiste en nutracéuticos, cosméticos, agentes de control de insectos y activos biocidas.

De acuerdo con una realización particular, el ingrediente activo hidrófobo comprende un perfume.

De acuerdo con una realización particular, el ingrediente activo hidrófobo consiste en un perfume.

20 Por "aceite de perfume" (o también "perfume") lo que se entiende aquí es un ingrediente o composición que es un líquido a aproximadamente 20°C. De acuerdo con cualquiera de las realizaciones anteriores, el aceite de perfume puede ser un ingrediente perfumante solo o una mezcla de ingredientes en forma de una composición perfumante. Como "ingrediente perfumante" se entiende aquí un compuesto, que se usa con el propósito principal de conferir o modular un olor. En otras palabras, una persona experimentada en la técnica debe reconocer que un ingrediente de este tipo, que debe considerarse como perfumante, puede por lo menos impartir o modificar de manera positiva o agradable el olor de una composición, y no solo como que tiene un olor. Para los fines de la presente invención, el aceite de perfume también incluye una combinación de ingredientes perfumantes con sustancias que juntas mejoran, potencian o modifican el suministro de los ingredientes perfumantes, tales como precursores, emulsiones o dispersiones de perfumes, así como combinaciones que brindan un beneficio adicional más allá de la modificación o la impartición de un olor, como la floración prolongada, la contracción del mal olor, el efecto antimicrobiano, la estabilidad microbiana, el control de insectos.

35 La naturaleza y el tipo de los ingredientes perfumantes presentes en la fase de aceite no justifican una descripción más detallada aquí, que en cualquier caso no sería exhaustiva, ya que la persona experimentada en la técnica puede seleccionarlos sobre la base de su conocimiento general y de acuerdo con el uso o aplicación previstos y el efecto organoléptico deseado. En términos generales, estos ingredientes perfumantes pertenecen a clases químicas tan variadas como alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, nitrilos, terpenoides, compuestos heterocíclicos nitrogenados o sulfurados y aceites esenciales, y los co-ingredientes perfumantes pueden ser de origen natural o sintético. Muchos de estos co-ingredientes están, en cualquier caso, listados en textos de referencia como el libro de S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, New Jersey, USA, o sus versiones más recientes, o en otras obras de naturaleza similares, así como en la abundante bibliografía de patentes en el campo de la perfumería. También se entiende que los ingredientes también pueden ser compuestos que se sabe que liberan de forma controlada diversos tipos de compuestos perfumantes.

45 Los ingredientes perfumantes pueden disolverse en un disolvente de uso actual en la industria del perfume. El disolvente preferentemente no es un alcohol. Los ejemplos de los disolventes son ftalato de dietilo, miristato de isopropilo, Abalyn® (resinas de colofonia, disponibles en Eastman), benzoato de bencilo, citrato de etilo, limoneno u otros terpenos o isoparafinas. Preferentemente, el disolvente es muy hidrófobo y está altamente impedido estéricamente, como por ejemplo Abalyn o benzoato de bencilo.

50 Como se mencionó anteriormente, se ha encontrado que una composición de gel vibrante que comprende un sistema de tensioactivo no iónico que consiste esencialmente de tensioactivo no iónico podría mejorar el rendimiento del ingrediente activo contenido en el mismo.

Además, se ha encontrado sorprendentemente que el gel vibrante de la presente invención tiene propiedades ventajosas tales como propiedades de suspensión para partículas sólidas en particular para microcápsulas sin mostrar signos de inestabilidad, incluso en ausencia de un espesante.

55 De hecho, debido a la estructura ramificada interna, el gel vibrante puede retener las microcápsulas en suspensión estable sin la necesidad de un espesante. Por el contrario, cualquier sistema gratuito como la microemulsión requiere el uso de un espesante para retener partículas.

Por lo tanto, de acuerdo con una realización, la composición de gel vibrante comprende una parte de la fase oleosa dispersada libremente en la fase acuosa y otra parte de la fase oleosa dispersada en forma encapsulada en la fase acuosa.

5 De acuerdo con una realización particular, el gel vibrante comprende un perfume dispersado libremente y un perfume encapsulado en forma de microcápsulas.

La forma encapsulada puede ser microcápsulas que se han descrito ampliamente en el arte previo. Se puede citar, por ejemplo, el tipo núcleo-envoltura con una cubierta polimérica o microcápsulas que tienen una matriz polimérica.

10 La naturaleza de la cubierta polimérica de las microcápsulas de la invención puede variar. Como ejemplos no limitativos, la cubierta puede ser a base de aminoplastos, a base de poliurea o a base de poliuretano. La cubierta también puede ser híbrida, es decir, orgánica-inorgánica, tal como una cubierta híbrida compuesta por lo menos dos tipos de partículas inorgánicas que están reticuladas, o aún una cubierta que resulta de la reacción de hidrólisis y condensación de una composición macro-monomérica de polialcoxilano.

De acuerdo con una realización, la cubierta comprende un copolímero de aminoplasto, tal como melamina-formaldehído o urea-formaldehído o melamina formaldehído reticulado o melamina glioxal.

15 De acuerdo con otra realización, la cubierta está basada en poliurea hecha, por ejemplo, pero sin limitarse a monómeros basados en isocianato y reticulantes que contienen aminas, tales como carbonato de guanidina y/o guanazol. Las microcápsulas de poliurea preferidas comprenden una pared de poliurea que es el producto de reacción de la polimerización entre por lo menos un poliisocianato que comprende por lo menos dos grupos funcionales isocianato y por lo menos un reactivo seleccionado del grupo que consiste en una amina (por ejemplo, una sal de guanidina soluble en agua y guanidina); un estabilizador o emulsionante coloidal; y un perfume encapsulado. Sin embargo, el uso de una amina se puede omitir.

20

De acuerdo con una realización particular, el estabilizador coloidal incluye una solución acuosa de entre 0,1% y 0,4% de alcohol polivinílico, entre 0,6% y 1% de un copolímero catiónico de vinilpirrolidona y de vinilimidazol cuaternizado (todos los porcentajes se definen en peso con respecto al peso total del estabilizador coloidal). De acuerdo con otra realización, el emulsionante es un biopolímero aniónico o anfifílico elegido preferentemente del grupo que consiste en goma arábiga, proteína de soja, gelatina, caseinato de sodio y mezclas de los mismos.

25

De acuerdo con otra realización, la cubierta está basada en poliuretano, hecha de, por ejemplo, pero no limitado a poliisocianato y polioles, poliamida, poliéster, etc.

30 Una persona experimentada en la técnica conoce bien la preparación de una dispersión/suspensión acuosa de microcápsulas de núcleo-envoltura. En un aspecto, el material de pared de microcápsulas puede comprender cualquier resina adecuada y, especialmente, melamina, glioxal, poliuretano, poliamida, poliéster, etc. Las resinas adecuadas incluyen el producto de reacción de un aldehído y una amina, los aldehídos adecuados incluyen, formaldehído y glioxal. Las aminas adecuadas incluyen melamina, urea, benzoguanamina, glicolurilo y mezclas de los mismos. Las melaminas adecuadas incluyen metilol melamina, metilol melamina metilada, imino melamina y mezclas de los mismos. Las ureas adecuadas incluyen dimetilolurea, dimetilolurea metilada, urea-resorcinol y mezclas de los mismos. Los materiales adecuados para la fabricación se pueden obtener de una o más de las siguientes compañías: Solutia Inc. (St. Louis, Missouri, U.S.A.), Cytec Industries (West Paterson, Nueva Jersey, U.S.A.), Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri, U.S.A.).

35

40 De acuerdo con una realización particular, la microcápsula núcleo-cubierta es una cápsula libre de formaldehído. Un proceso típico para la preparación de una suspensión de microcápsulas sin formaldehído y aminoplasto comprende los pasos de

1) preparar una composición oligomérica que comprenda el producto de reacción, o que pueda obtenerse mediante reacción conjunta

45 a) un componente de poliamina en forma de melamina o de una mezcla de melamina y por lo menos un compuesto C₁-C₄ que comprende dos grupos funcionales NH₂;

b) un componente aldehído en forma de una mezcla de glioxal, un 2,2-dialcoxil etanal C₄₋₆ y opcionalmente un glioxalato, la mezcla tiene una relación molar glioxal/2,2-dialcoxil etanal C₄₋₆ comprendida entre 1/1 y 10/1; y

c) un catalizador de ácido prótico;

50 2) preparar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño de la gota está comprendido entre 1 y 600 μm, y comprende:

i. un aceite

ii. un medio de agua

iii. por lo menos una composición oligomérica como se obtiene en el paso 1;

iv. por lo menos un reticulador seleccionado entre

A) di- o tri-isocianatos aromáticos o alifáticos C_4-C_{12} y sus biurets, triurets, trímeros y aducto de trimetilol propano; y/o

5 B) compuestos di- o tri-oxirano de fórmula $A-(\text{oxiran-2-ilmetilo})_n$

en los que n significa 2 o 3 y 1 representa un grupo C_2-C_6 que comprende opcionalmente de 2 a 6 átomos de nitrógeno y/u oxígeno;

v. opcionalmente un compuesto C_1-C_4 que comprende dos grupos funcionales NH_2 ;

3) calentar la dispersión;

10 4) enfriar la dispersión;

Este proceso se describe con más detalle en el documento WO 2013/068255

De acuerdo con otra realización, la cubierta de la microcápsula se basa en poliurea o poliuretano. Ejemplos de procesos para la preparación de poliurea y suspensión de microcápsulas a base de poliureathano se describen, por ejemplo, en WO2007/004166, EP 2300146, EP2579976. Normalmente, un proceso para la preparación de poliurea o

15 una suspensión de microcápsulas a base de poliuretano incluye los siguientes pasos:

a) Disolver por lo menos un poliisocianato que tiene por lo menos dos grupos isocianato en un aceite para formar una fase oleosa;

b) Preparar una solución acuosa de un emulsionante o estabilizador coloidal para formar una fase acuosa;

20 c) Agregar la fase de aceite a la fase acuosa para formar una dispersión de aceite en agua, en la que el tamaño de gota promedio está comprendido entre 1 y 500 μm , preferentemente entre 5 y 50 μm ;

d) Aplicar condiciones suficientes para inducir la polimerización interfacial y formar microcápsulas en forma de suspensión.

Siendo gratuito, el gel vibrante de la presente invención se puede usar en muchos campos de aplicación.

Por ejemplo, muchos consumidores exigen cada vez más un perfume intenso y fuerte a su ropa.

25 Por lo tanto, otro objeto de la presente invención es una composición de gel vibrante como se definió anteriormente en forma de un potenciador de aroma de ropa.

Otro objeto de la invención es un sistema de dispersión de microcápsulas que comprende un gel vibrante de acuerdo con la invención y por lo menos una microcápsula como se definió previamente.

30 Otro objeto de la presente invención es un proceso para preparar una composición de gel vibrante de acuerdo con la presente invención, el proceso comprende el paso de mezclar una fase acuosa, un sistema de tensioactivo, un enlazador, una fase de aceite que comprende un ingrediente activo hidrófobo y, opcionalmente, un disolvente, en el que:

- el sistema de tensioactivo que consiste esencialmente en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema de tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,

35 - el enlazador se elige entre el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivos que tienen un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos.

De acuerdo con una realización particular, el enlazador se disuelve por separado en la fase oleosa que comprende el ingrediente activo hidrófobo debido a su mayor solubilidad en la fase oleosa.

40 De acuerdo con la invención, el proceso no requiere ningún tratamiento de cizallamiento y/o presión para inducir la formación del gel.

La composición de gel vibrante de la invención puede usarse ventajosamente en muchos campos de aplicación y usarse en diversos productos de consumo.

45 Por lo tanto, otro objeto de la invención es un producto de consumo que comprende o consiste en la composición de gel vibrante como se definió anteriormente o se preparó de acuerdo con el proceso definido anteriormente.

5 De acuerdo con una realización, el producto para el consumidor está en forma de un producto para el cuidado del hogar o cuidado personal seleccionado del grupo que consiste en un producto para la limpieza de la piel, un champú, un acondicionador que se enjuaga, un desodorante, un antitranspirante, una loción corporal, un acondicionador sin enjuague, un acondicionador de telas, un detergente líquido, un potenciador de aroma de ropa y un limpiador todo propósito.

De acuerdo con una realización particular, el producto de consumo es un potenciador de aroma de ropa.

Como se mencionó anteriormente, la composición de gel vibrante de la presente invención ha demostrado su capacidad para suspender, por ejemplo, microcápsulas, sin sedimentación durante un largo período de tiempo.

10 Por lo tanto, otro objeto de la invención es un procedimiento para suspender microcápsulas sin sedimentación en un líquido que comprende el paso que consiste de:

- proporcionar una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a una velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, la composición comprende:

- una fase acuosa,
- 15 • un sistema de tensioactivo que consiste esencialmente en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema de tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,
- un enlazador seleccionado en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos, y
- una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume, y

20 - mezclar microcápsulas en la composición.

Finalmente, un último objeto de la presente invención es el uso de una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s y una velocidad de cizallamiento de 0,01 s⁻¹ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, la composición comprende:

- una fase acuosa,
 - 25 - un sistema de tensioactivo que consiste esencialmente en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema de tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,
 - un enlazador seleccionado del grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxilcarboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB inferior a 10 y mezclas de los mismos, y
 - 30 - una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume
- para suspender sin sedimentación un sólido o un líquido.

La invención se describirá ahora adicionalmente a modo de ejemplos. Se apreciará que la invención como se reivindica no pretende estar limitada de ninguna manera por estos ejemplos.

Ejemplo 1

35 **Preparación de la composición de gel vibrante de acuerdo con la invención**

Las diferentes fragancias usadas en los ejemplos se resumen en la tabla 1 siguiente.

Tabla 1: composiciones de las fragancias

Fragancia A		Fragancia B		Fragancia C	
Ingrediente	%en peso	Ingrediente	%en peso	Ingrediente	% en peso
Hedione® 1)	10	Acetato de Bencilo	20	Hedione® 1)	1
Habanolide® 2)	6	Exaltolida 8)	10	Habanolide® 2)	20
Helvetolide® 3)	4	Ambrox® 9)	2	Exaltolide 8)	60

(continuación)

Fragancia A		Fragancia B		Fragancia C	
Ingrediente	%en peso	Ingrediente	%en peso	Ingrediente	% en peso
Muscenona delta ⁴⁾	1	Neobutenone® ¹⁰⁾	0,1	Ambrox® ⁹⁾	1
Dihidromircenol ⁵⁾	2	Helvetolide® ³⁾	4	Helvetolide® ³⁾	6
Citronelol BJ	2	Dihidromircenol ¹¹⁾	20	Muscenona delta ⁴⁾	12
Fenitilol	20	Coranol ¹²⁾	10		
Acetato de Bencilo	6	IsoEsuper ⁷⁾	26		
Geraniol	10	Dipropilenglicol	7,9		
Florol® ⁶⁾	12				
IsoEsuper ⁷⁾	2				
Dipropilenglicol	25				
Log P(promedio)	1,9		3,7		5,7
1) Dihidrojasmonato de metilo (Origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza)					

Se prepararon diferentes composiciones de gel vibrante (composiciones 1-5 – véase tabla 2) de acuerdo con el siguiente protocolo.

- 5 En un primer paso, la fase acuosa (agua), el disolvente (propilenglicol), si está presente y los tensioactivos, se mezclaron juntos a temperatura ambiente bajo agitación con un agitador magnético a 300 rpm durante 5 minutos.

En un segundo paso, el enlazador se disolvió en el ingrediente activo hidrófobo (fragancia) a temperatura ambiente bajo agitación con un agitador magnético a 300 rpm. La mezcla resultante se mezcló durante 5 min.

- 10 Después, la fase acuosa y la fase oleosa se mezclaron juntas a temperatura ambiente durante 5 minutos, lo que conduce a la formación de un gel vibrante transparente u opalescente.

Tabla 2: Composiciones en gel vibrante

Composición		1	2	3	4	5
Fase acuosa	Agua	71,20%	89,5%	78,8%	79,4%	70%
Disolvente	Propilenglicol	20,30%	-	-	-	20%
Tensioactivos	Deceth-8 ¹⁾	4,00%	6%			
	Laureth-9 ¹⁾					4,00%
	P1antacare 2000UP ²⁾			8,30%	7,7%	
Enlazador	Deceth-3 ¹⁾	1,50%				
	Lauril lactato				1%	
	Ácido laurico		1,5%	1,60%		
	Gliceril Caprilato					3,00%

(continuación)

Composición		1	2	3	4	5
Ingrediente activo hidrofóbico	Fragrance B	3,00%	3,0%	3,00%	3,00%	3,00%
Viscosidad (Pa.s) (a una velocidad de cizallamiento de 0,015s ⁻¹)		1,72	10,54	60	2,88	5,0
1) éteres de polietilenglicol del alcohol decílico (KLK Oleo) 2) alquil poliglucósido C8-C10 (BASF)						

Ejemplo 2**Preparación de las composiciones de gel vibrante con el uso de diferentes fragancias.**

- 5 Se prepararon tres composiciones de gel vibrante diferentes de acuerdo con el protocolo descrito en el ejemplo 1 con las fragancias que tienen diferentes LogP (véase tabla 1).

Las composiciones de estos geles vibrantes se resumen en la tabla 3 siguiente.

Tabla 3: Composiciones de gel vibrante

	Fragancia A	Fragancia B	Fragancia C
	% en peso	% en peso	% en peso
Fase acuosa (Agua)	70,64	70,78	71,07
Disolvente (Propilenglicol)	20,18	20,22	20,30
Tensioactivo no-iónico (deceth-8)	4,04	4,04	4,06
Enlazador (Deceth-3)	1,51	1,52	1,52
Ingrediente activo hidrófobo (Fragancia)	3,63	3,44	3,05

- 10 Los geles vibrantes obtenidos fueron ligeramente opalescentes.

Estos resultados subrayan que las composiciones de gel vibrante de acuerdo con la invención se pueden preparar con fragancias que cubren un amplio intervalo de logP.

Ejemplo 3**Desempeño como potenciador de fragancia**

- 15 Composiciones de gel vibrante de acuerdo con la invención contra Microemulsión

Protocolo experimental

El desempeño olfativo de las composiciones de gel vibrante formuladas igual a lo descrito en la invención, se comparó con una microemulsión que comprende los mismos componentes pero en diferentes proporciones (véase tabla 4).

Tabla 4: Gel vibrante (de acuerdo con la invención) y composiciones de microemulsión

	Gel vibrante (RGG)	Microemulsion (mE)
Fase acuosa (agua)	70%	45%
Disolvente (Propilenglicol)	20%	45%
Tensioactivo no-iónico (Deceth-8)	6%	6%

(continuación)

	Gel vibrante (RGG)	Microemulsion (mE)
Ingrediente activo Hidrófobo (Fragancia ⁴⁾)	2,7%	2,7%
Enlazador (Ácido laurico)	1,3%	1,3%
4) Fragancia A o Fragancia B o Fragancia C		

5 La microemulsión es una solución transparente, que contiene gotitas nanométricas dispersas discontinuamente del compuesto oleoso. En contraste, el gel vibrante es una solución opalescente, compuesta de una red de micelas ramificadas.

El desempeño olfativo se evaluó en ropa húmeda y después de 1 día de secado.

Las toallas afelpadas (10 piezas, 18 cm x 18 cm, de aproximadamente 30 g cada una) se lavaron con 30 g de detergente no perfumado en una lavadora (Miele Novotronic W300-33CH) a 40°C con el uso del programa de ciclo corto. El lavado fue seguido por un enjuague a 900 rpm con 10 g del gel vibrante o la microemulsión (véase tabla 4).

10 Las toallas afelpadas se evaluaron húmedas o después se secaron en línea durante 24 horas antes de ser evaluadas.

Resultados

15 Un panel de 20 panelistas capacitados evaluó la intensidad de la percepción del perfume en toallas húmedas o secas tratadas con el gel vibrante o la microemulsión. A ellos se les pidió que calificaran la intensidad de la percepción de perfume en una escala que oscila desde 0 a 10, en la que 0 significa sin olor y 10 significa olor muy fuerte. Los resultados se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5: Intensidad de perfume del gel vibrante (RGG) y microemulsión (mE) (condiciones húmedas y secas)

	Húmedo		Seco	
	RGG	mE	RGG	mE
Fragancia A	5,6	5,3	2,1	1,9
Fragancia B	5,2	4,7	5,8	5,3
Fragancia C	4,9	4,6	4,2	4,3

Conclusiones

20 El uso del gel vibrante de acuerdo con la invención muestra una mejor intensidad de perfume (en ambas condiciones, seca y húmeda) cuando se compara con una microemulsión subyacente a un mejor desempeño de larga duración para el gel vibrante.

Ejemplo 4

Comportamiento viscoelástico del gel vibrante de acuerdo con la invención

25 Se realizaron dos tipos de estudios de reología para caracterizar el gel vibrante de la presente invención: estudios de estado estable y estudios de cizallamiento oscilatorio.

Las viscosidades de estado estacionario y dinámico se midieron con el uso del reómetro modelo AR-2000 de TA Instruments V5.4.0. Los experimentos se realizaron con un cono de acero de 40mm con un ángulo de 2°. El inter espacio entre el cono y la placa, sobre la cual se deposita la composición, fue de 52µm.

30 En las mediciones reológicas de estado estable, se midió el efecto de la viscosidad y el esfuerzo de cizallamiento en función de la velocidad de cizallamiento. La velocidad de cizallamiento se varió desde 0,001 (1/s) hasta 1000 (1/s) y la temperatura se mantuvo constante a 20°C.

35 En los estudios de medición de cizallamiento oscilatorio, se aplicó una pequeña deformación sinusoidal de ángulo a la muestra para no perturbar la estructura de fluido. El reómetro se operó en modo dinámico y se midieron los módulos viscoelásticos (G' y G'') en función de la frecuencia de oscilación. El intervalo de frecuencia de oscilación se varió desde 0,1 rad/s a 500 rad/s.

La Figura 1a muestra la curva de viscosidad de velocidad de cizallamiento constante para el gel vibrante y la microemulsión que tiene las composiciones detalladas en la tabla 4. Estas curvas subrayan que el gel vibrante de la invención tiene un comportamiento no Newtoniano mientras que la microemulsión muestra un comportamiento Newtoniano.

- 5 La Figura 1b muestra la viscosidad en función de la tensión de corte. El pico de la viscosidad corresponde al valor de la tensión de fluencia que indica un tipo Bingham del fluido.

La Figura 2 muestra los módulos de cizallamiento dinámico para el gel vibrante que tiene las composiciones detalladas en la tabla 4. Esta muestra nuevamente el comportamiento viscoelástico típico del gel vibrante de la invención, con dos tiempos de relajación ($\tau_1 = 0,16s$ y $\tau_2 = 0,025s$) y un incremento de ambos G' y G'' a altas frecuencias en el intervalo acústico ($> 100rad/s$).

- 10

La Figura 3 muestra el factor de calidad, el cual se define en la literatura como $Q=G1/G''$ contra la frecuencia angular.

El gel de la invención se caracteriza por un factor de calidad el cual se incrementa en función de la frecuencia angular y alcanza un máximo mayor que 1 en el intervalo de 20 rad/s. Después del segundo punto de cruce en el que G' y G'' se incrementan fuertemente, Q disminuye.

- 15 Todos estos parámetros reológicos subrayan que el gel vibrante de la invención tiene un comportamiento viscoelástico contrario a una microemulsión.

Ejemplo 5

Un gel vibrante que comprende microcápsulas versus una microemulsión que comprende microcápsulas

Preparación de la suspensión de microcápsulas A

- 20 Las microcápsulas que tienen la siguiente composición (véase tabla 6) se prepararon de acuerdo con el proceso descrito a continuación.

Tabla 6: Composición de la suspensión de cápsulas A

Ingrediente	Cantidad [%]
Fase oleosa	30,9
Aceite de perfume ¹⁾	30,28
Poliisocianato ²⁾	0,62
Fase acuosa	
Copolímero de acrilamida y ácido acrílico ³⁾	4,7
Resinas de melamina-formaldehído ⁴⁾	4,7
Agua	59
Hidróxido de sodio	0,5
Ácido acético	0,2
Total	100
1) véase Tabla 7 2) Takenate® D-110N; Origen: Mitsui Chemicals 3) Alcapsol de Ciba, solución al 20% en agua 4) Mezcla al 90/10 de Cymel 385 y Cymel 9370 de Cytec, ambas soluciones al 70% en agua.	

Tabla 7: Composición de aceite de perfume

<u>Ingredientes</u>	<u>% en peso</u>
2-Metilbutirato de Etilo	5,2%
Acetato de amilo	2,5%
Aldehído C 8	3,1%
Acetato de hexilo	9,7%
Metilparacresol	1,0%
Limoneno	3,7%
Butirato de amilo	1,0%
Aldehído C 9	2,85%
2,4-Dimetil-3-ciclohexeno-1-carbaldehído ¹⁾	2,75%
Eucaliptol	8,5%
Mentona	0,4%
Heptanoato de alilo	8,0%
Aldehído C 10	9,0%
Aldehído MNA ²⁾	3,2%
Delta damascona	5,9%
Yara Yara	5,4%
Neobutenone® ³⁾	1,0%
Isoraldeine70	5,0%
Lilial® ⁴⁾	8,5%
Undecalactona gama	8,5%
Norlimbanol® ⁵⁾	0,9%
Benzoate de bencilo	3,9%
Total	100,0%
1) Firmenich SA, Ginebra, Suiza 2) 2-metilundecanal 3) 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona, Firmenich SA, Ginebra, Suiza 4) 3-(4-terc-butilfenil)-2-metilpropanal, Givaudan SA, Vernier, Suiza 5) trans-1-(2,2,6-trimetil-1-ciclohexil)-3-hexanol, Firmenich SA, Ginebra, Suiza	

- 5 La fase oleosa se preparó al mezclar un poliisocianato (aducto de trimetilolpropano del diisocianato de xilileno, Takenate® D-110N, origen: Mitsui Chemicals) con un aceite de perfume que comprende los ingredientes listados en la Tabla 7. La fase oleosa se compone de 2% Takenate® D-110N y 98% del aceite de perfume. Preferentemente, se agrega por lo menos un poliisocianato como el Takenate D-110N en una cantidad comprendida entre 0,1% y 10%, preferentemente entre 0,5% y 5%. Después de la encapsulación y el uso del Takenate D-110N para una reticulación de la pared de melamina/formaldehído, el nivel residual del poliisocianato sin reaccionar en el aceite de perfume es muy bajo y por lo tanto el núcleo interno de la cápsula se hace solamente del aceite de perfume.
- 10 Para hacer la suspensión de cápsulas, se disolvieron en agua el copolímero de acrilamida y ácido acrílico y la resina de melamina-formaldehído para formar la fase acuosa. Entonces se agregó el aceite de pre-mezcla de perfume en

5 esta solución y el pH se regula a 5 con ácido acético. La temperatura se elevó a 90°C durante 2 horas para permitir el curado de las cápsulas. En este punto, se forman las cápsulas, se reticulan y se estabilizan. Después una solución de urea de etileno (que contiene aproximadamente 3% p/p de urea de etileno con relación al peso de la suspensión) se agregó como usualmente se realiza con las cápsulas aminoplásticas como un agente para depurar el formaldehído libre de residuos y la mezcla se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente. El pH final se ajustó a 7 con hidróxido de sodio.

2% en peso de la suspensión de microcápsulas A se agregaron en la composición del gel vibrante como se detalla en la Tabla 4.

10 En un segundo experimento, el 2% de la suspensión de microcápsulas A se agregaron en la composición de la microemulsión como se detalla en la Tabla 4.

Las Figuras 4A (izquierda) y 4b (derecha) muestran, respectivamente, la microemulsión y el gel vibrante que comprende las micro cápsulas después de 1 mes de almacenamiento a 25°C.

15 Estas cifras destacan que el gel vibrante de acuerdo con la invención tiene la capacidad de suspender las microcápsulas en una manera estable, sin una sedimentación o floculación mientras que las microcápsulas contenidas en la microemulsión permanecen en la interfase entre el aire y la microemulsión.

Por lo tanto, el gel vibrante de la presente invención es completamente adecuado para suspender las microcápsulas sin espesante y sin sedimentación en el transcurso un largo período de tiempo.

Ejemplo 6

Rendimiento de liberación de fragancia

20 El desempeño de liberación de fragancia del gel vibrante definido en la presente invención se determinó y se comparó con la liberación de fragancia cuando la fragancia se solubiliza en una microemulsión que comprende un espesante (véase tabla 8).

Tabla 8: Composición de muestra

	Función	Muestra de Gel Vibrante	Muestra de Microemulsión B
		A	
		%	%
Agua	Fase de agua	61,90	63,68
Propilenglicol	Disolvente	21,10	21,69
Etoxilato de alcohol 6-12 ¹⁾	Tensioactivo no iónico	9,50	9,50
Ácido dodecanoico ²⁾	Enlazador	2,50	0
Xantano ³⁾	Espesante	0,00	0,13
Fragancia ⁴⁾	ingrediente activo Hidrófobo	5,00	5,00
1) Firmenich SA 2) Firmenich SA 3) Firmenich SA 4) Fragrance B (véase tabla 1)			

25 Se realizaron las siguientes diferentes evaluaciones.

1/desempeño de liberación de fragancia del gel vibrante en comparación con la microemulsión (no aplicado sobre cualquier sustrato)

30 La concentración de gas de la muestra de fragancia anterior A (solución de gel vibrante) (Cg) se compara con la concentración de gas de la misma fragancia de la muestra comparativa B anterior (CG/Cgref). Si el valor de Cg/Cgref es menor que uno, esto significa que hay menos moléculas de fragancia en el espacio superior de la muestra A anterior que la muestra comparativa B anterior. En este caso, los inventores pueden concluir que el gel vibrante analizado conduce a una mejor retención. Por el contrario, si el valor es mayor que uno, las moléculas de fragancia preferentemente se mueven hacia el aire.

Como se puede ver en la Figura 5, todos los valores CG/Cgref para las diferentes materias primas son menores que 1 lo que subyace que el gel vibrante de la presente invención muestra una mejor retención de fragancia que la muestra comparativa B.

5 2/desempeño de liberación de fragancia del gel vibrante en comparación con la microemulsión (aplicado sobre toallas de algodón)

10 La deposición en las telas se evaluó directamente mediante el análisis del desempeño de fragancia de las toallas de algodón secas. En este experimento, las toallas de algodón (18 cm * 18 cm, de aproximadamente 30 g cada una) se lavaron en gel vibrante diluida 300x o microemulsión, respectivamente. Después, las toallas se dejaron secar a temperatura ambiente durante 1 día. Una pieza de ellos con una superficie de 1 cm² se cortó y se analizó por análisis de espacio superior GC-MS.

15 Si las moléculas de perfume se depositaron fuertemente sobre la toalla, se percibe una alta concentración de gas de estas moléculas en el espacio superior. En ese caso, si la relación de Cg/Cg(ref) es mayor que 1, se puede concluir que el desempeño de fragancia de las toallas lavadas con el gel vibrante es mayor en comparación con la muestra comparativa B. La comparación se realiza con el desempeño de fragancia de las toallas secas lavadas con la solución de referencia diluida a 300x.

Como se puede observar de la Figura 6, todos los valores de Cg/Cgref de diferentes materias primas son mayores que 1 que resaltan que el gel vibrante de la presente invención muestra una mejor deposición de fragancia que la microemulsión.

20 3) Desempeño de liberación de fragancia del gel vibrante en comparación con la microemulsión evaluada en una prueba sensorial

El desempeño olfativo se evaluó en telas después de 3 días de secado.

Las toallas afelpadas de algodón (10 piezas, 18 cm * 18 cm, aproximadamente 30 g cada una) se lavaron en una lavadora (Miele Novotronic W300-33CH) a 40°C con el uso del programa de ciclo corto. El lavado fue seguido por un enjuague a 900 rpm con 40 g de la muestra de gel vibrante A o la muestra de microemulsión B (véase tabla 8).

25 Las toallas afelpadas se secaron en línea durante 3 días y se evaluaron.

Resultados

La intensidad de la percepción del perfume en toallas secas tratadas con el gel vibrante o la microemulsión se evaluó por un panel de 20 panelistas entrenados. Se les pidió que calificaran la intensidad de la percepción de perfume en una escala que en el intervalo de 0 a 7, en la que 0 significa que no hay olor y 7 significa olor muy fuerte.

30 En promedio, las toallas lavadas con el gel vibrante después de 3 días de secado se calificaron en 5,3, mientras que las toallas lavadas con la microemulsión se calificaron en 4,5.

Conclusiones

35 El uso del gel vibrante de acuerdo con la invención presenta una mejor intensidad de perfume en las ropas secas después de 3 días en comparación con una microemulsión que subyace a un mejor desempeño de larga duración para el gel vibrante.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a una velocidad de cizallamiento de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, comprendiendo dicha composición:
- una fase acuosa,
 - 5 - un sistema tensioactivo que esencialmente consiste en uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,
 - un enlazador seleccionado en el grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de los ácidos carboxílicos, sales y ésteres de ácidos hidroxil carboxílicos, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB menor que 10 y mezclas de los mismos, y
 - 10 - una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume.
2. La composición de gel vibrante de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque el sistema que consiste del sistema tensioactivo y el enlazador tiene un HLB (S+L) comprendido entre 11,5 y 13,5, en la que
- $$\text{HLB(S+L)} = X (\text{sistema tensioactivo}) * \text{HLB} (\text{sistema tensioactivo}) + Y (\text{enlazador}) * \text{HLB} (\text{enlazador})$$
- con
- 15 - X (sistema tensioactivo) y Y (enlazador) que representa las concentraciones de peso del sistema tensioactivo y el enlazador, respectivamente, en la mezcla del sistema tensioactivo y el enlazador, y
 - $X (\text{sistema tensioactivo}) + Y (\text{enlazador}) = 1$.
3. La composición de gel vibrante de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que la relación en peso del sistema de tensioactivo/(fase oleosa + enlazador) se compone entre 0,5 y 4, preferentemente entre 0,8 y 2.
- 20 4. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que además comprende un disolvente, preferentemente en una cantidad de hasta 40% en peso con base en el peso total de la composición.
5. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende:
- 25 - 45-99%, preferentemente 48-97%, más preferentemente 60-90% en peso de la fase acuosa,
 - 3-50%, preferentemente 4-30%, en peso del sistema tensioactivo,
 - 0,1-35%, preferentemente de 0,15-20% en peso del enlazador,
 - 0,01-30%, preferentemente de 0,1-20% en peso de la fase oleosa, y
 - 0-40%, preferentemente de 0-30%, más preferentemente de 10-25% en peso del disolvente,
 - con base en el peso total de la composición.
- 30 6. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, teniendo dicho gel un factor de calidad Q, definido como una relación entre los módulos elástico G' y viscoso G'', mayor que 0,5 en el intervalo de frecuencia angular de 5 a 500 rad/s.
- 35 7. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que el tensioactivo no iónico se selecciona del grupo que consiste en alcoholes alifáticos etoxilados, éteres de POE/PPG (polioxietileno y polioxipropileno), ésteres de mono- y poliglicerilo, compuestos de éster de sacarosa, hidroxilésteres de polioxietileno, poliglucósidos de alquilo, óxidos de amina y combinaciones de los mismos.
8. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la composición se encuentra libre de un espesante.
- 40 9. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que una parte de la fase oleosa se dispersa libremente en la fase acuosa y otra parte de la fase oleosa se dispersa en una forma encapsulada en la fase acuosa.
10. La composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la que la forma de un potenciador de perfume de lavandería en la que el ingrediente activo hidrófobo comprende un perfume.
11. Un sistema de dispersión de microcápsulas que comprende un gel vibrante como se define en la reivindicación 9.
- 45 12. Un producto de consumo que comprende la composición de gel vibrante de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-10 o el sistema de dispersión de microcápsulas de acuerdo con la reivindicación 11.
- 50 13. El producto de consumo de acuerdo con la reivindicación 12, en la forma de un producto de cuidado del hogar o de cuidado personal seleccionado del grupo que consiste en un producto de limpieza de piel, un champú, un acondicionador de enjuague, un desodorante, un antitranspirante, una loción corporal, un acondicionador de aplicación prolongada, un acondicionador de telas, un detergente líquido, un potenciador de perfume de lavandería y un limpiador de usos múltiples.

14. El producto de consumo de acuerdo con la reivindicación 13, en la forma de un potenciador de perfume de lavandería.

15. Un procedimiento para suspender microcápsulas en un líquido, que comprende el paso que consiste en:

5 - proporcionar una composición de gel vibrante que tiene una viscosidad comprendida entre 0,1 y 1000 Pa.s a una velocidad de cizallamiento de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a 20°C y un comportamiento dinámico viscoelástico, comprendiendo dicha composición:

- una fase acuosa,
- un sistema tensioactivo que consiste esencialmente de uno o más de un tensioactivo no iónico, en el que el sistema tensioactivo tiene un HLB promedio entre 10 y 14,
- 10 ▪ un enlazador seleccionado del grupo que consiste en alcoholes, sales y ésteres de ácidos carboxílicos, sales y ésteres de los ácidos carboxílicos de hidroxilo, ácidos grasos, sales de ácidos grasos, ácidos grasos de glicerol, tensioactivo que tiene un HLB menor que 10 y mezclas de los mismos, y
- una fase oleosa que comprende un ingrediente activo hidrófobo, preferentemente un aceite de perfume, y

- mezclar microcápsulas en la composición.

15

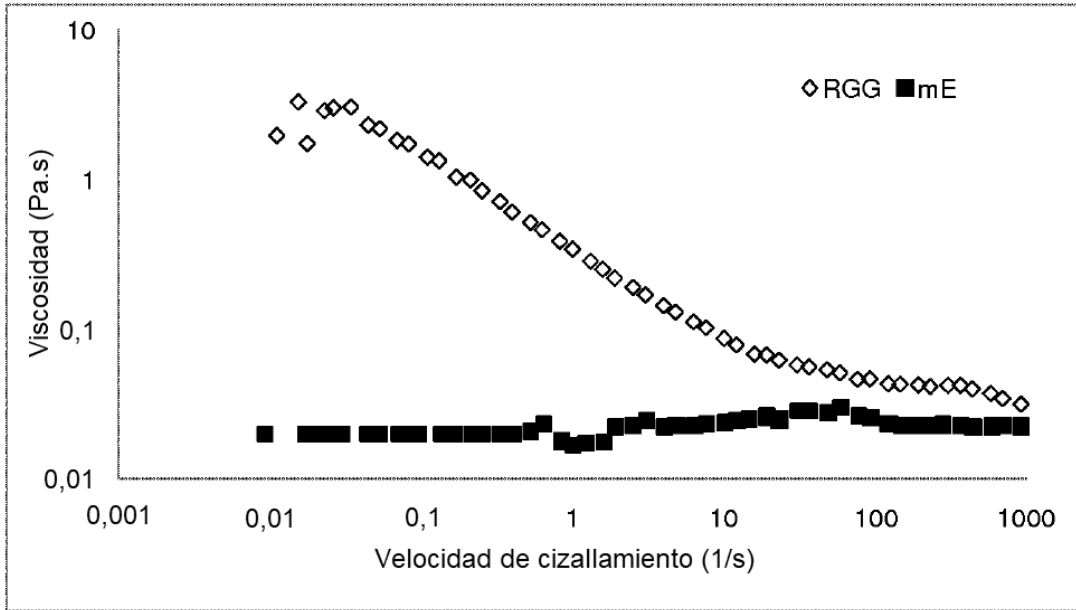


Figura 1a

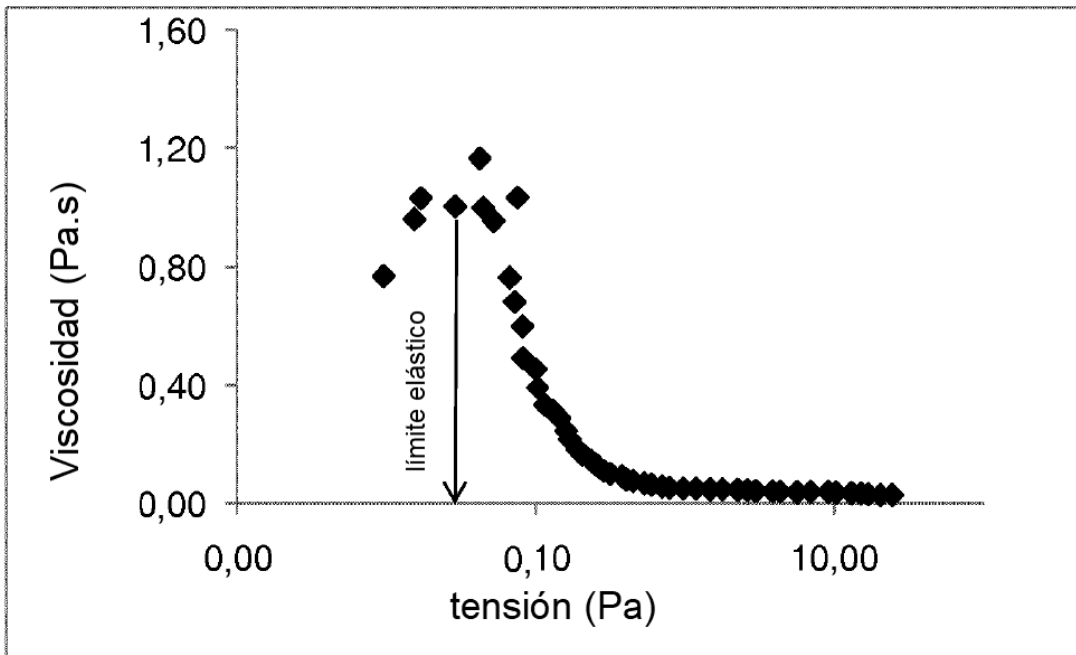


Figura 1b

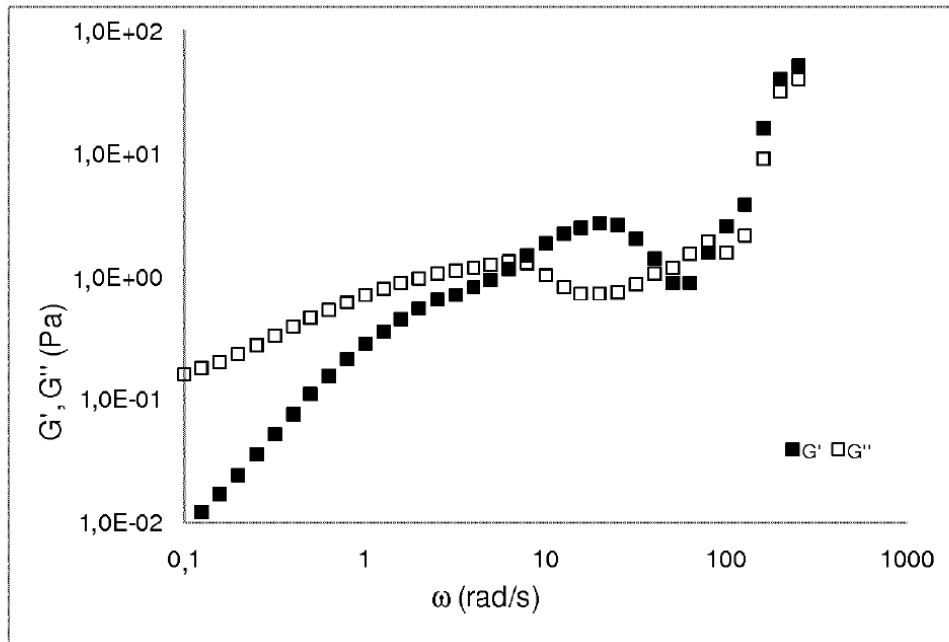


Figura 2

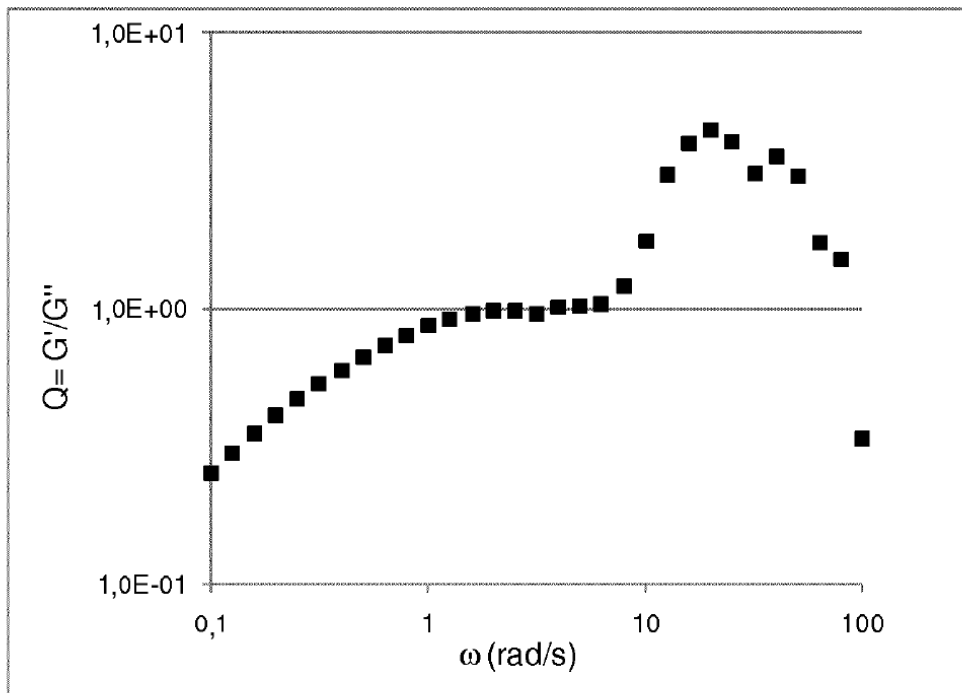
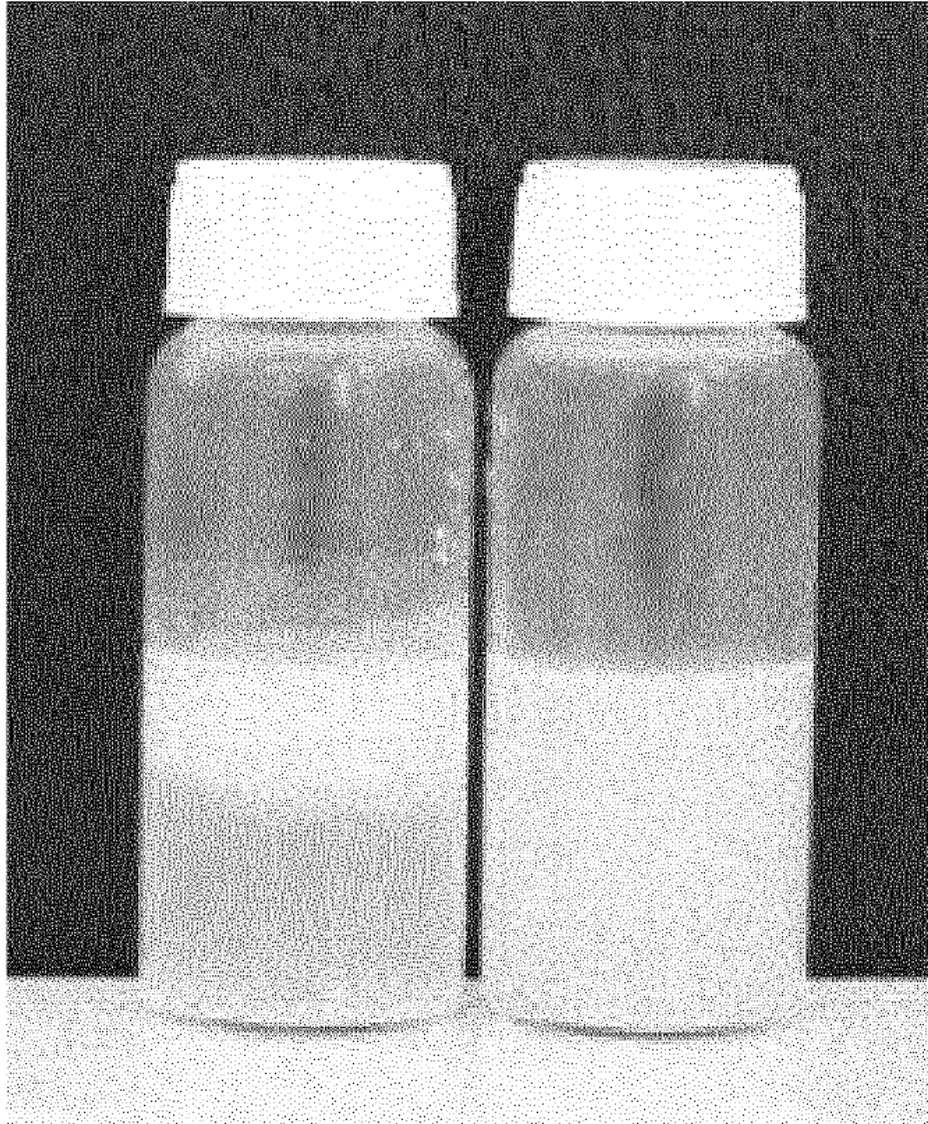


Figura 3



(a)

(b)

Figura 4

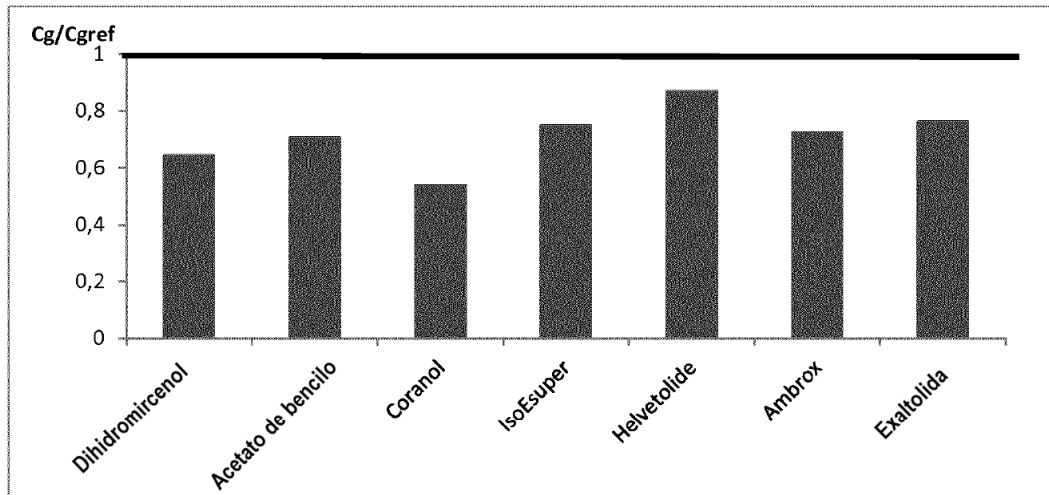


Figura 5

Dihidromircenol

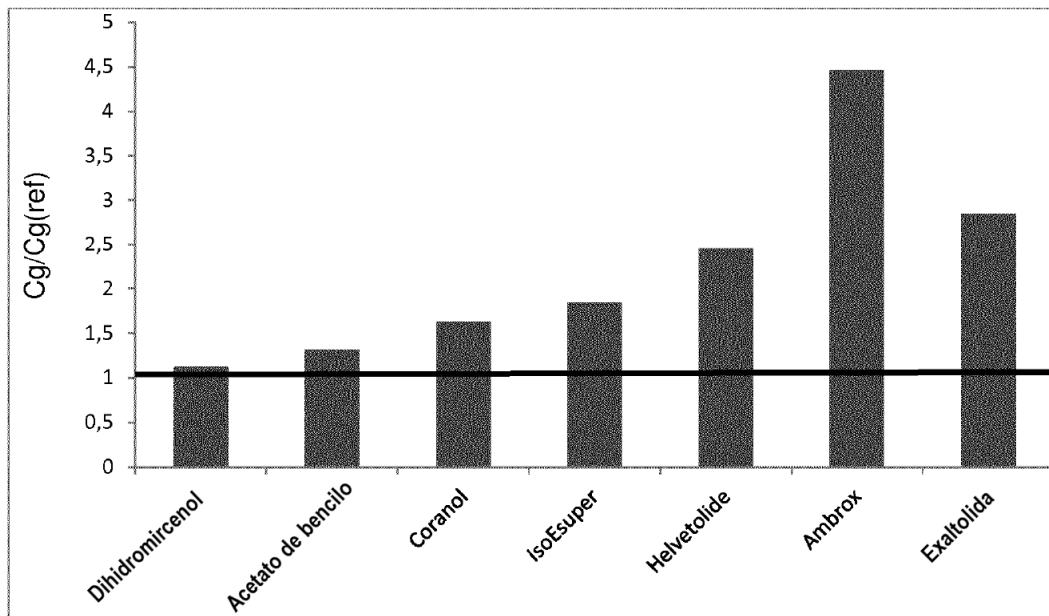


Figura 6