



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

(11) BR 112012033017-9 B1

(22) Data do Depósito: 24/06/2011

(45) Data de Concessão: 09/01/2018



(54) Título: PRODUTO DE CONSUMO E UTILIZAÇÃO DE MICROCAPSULAS

(51) Int.Cl.: A61K 8/11; B01J 13/14; B01J 13/16; C11D 3/50

(30) Prioridade Unionista: 25/06/2010 GB 1010701.9

(73) Titular(es): GIVAUDAN SA

(72) Inventor(es): JUTTA HOTZ; WOLFGANG DENUELL

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PRODUTO DE CONSUMO E UTILIZAÇÃO DE MICROCÁPSULAS**".

A presente invenção refere-se a um processo para a produção de microcápsulas, e para usos dessas micropartículas, em produtos de consumo.

As microcápsulas são pós ou partículas que consistem de um núcleo e um material de parede que circunda o núcleo, em que o núcleo é uma substância sólida, líquida ou gasosa, a qual está cercada pelo sólido, geralmente polimérico, material de parede. Eles podem ser sólidos, isto é, consistir de um material único. As microcápsulas têm um diâmetro médio de 1 a 1000 μm .

Um grande número de materiais de invólucro é conhecido para a produção de microcápsulas. O invólucro pode consistir tanto de materiais naturais, semissintéticos ou sintéticos. Materiais de invólucros naturais são, por exemplo, goma arábica, ágar-agar, agarose, maltodextrina, ácido algínico ou os seus sais, por exemplo, alginato de sódio ou alginato de cálcio, gorduras e ácidos graxos, álcool cetílico, colágeno, quitosano, lecitinas, gelatina, albumina, goma-laca, polissacarídeos, tais como amido ou dextrano, polipeptídeos, hidrolisados de proteína, sacarose e ceras. Materiais de invólucro semis-sintéticos são, entre outros, as celuloses modificadas quimicamente, em particular os ésteres de celulose e éteres de celulose, por exemplo, acetato de celulose, etil-celulose, hidroxipropilcelulose, hidroxipropilmetilcelulose e carboximetilcelulose, e também os derivados de amido, em particular os éteres de amido e ésteres de amido. Materiais de invólucro sintéticos são, por exemplo, polímeros, tais como poliacrilatos, poliamidas, álcool polivinílico ou polivinilpirrolidona.

Dependendo do tipo de material de invólucro e do processo de produção, as microcápsulas são formadas em cada caso, com propriedades diferentes, tais como diâmetro, distribuição de tamanho e propriedades físicas e/ou químicas, são consideradas.

Existe, portanto, uma necessidade constante de desenvolver novos processos de produção, a fim de ser capaz de proporcionar microcápsu-

las com propriedades feitas sob medida.

Um primeiro objeto do presente pedido é, por conseguinte, dirigido a um processo para a produção de microcápsulas, as quais contêm um invólucro e um núcleo de óleo de fragrância, em que uma solução aquosa de um coloide protetor e uma solução de uma mistura de pelo menos dois, estruturalmente diferentes isocianatos (A) e (B) bifuncionais, no referido óleo, estão juntos até se formar uma emulsão, em que pelo menos uma amina bifuncional é então adicionada, e que é em seguida aquecida a temperaturas de pelo menos 60 ° C até que as microcápsulas são formadas, em que o isocianato (B) é selecionado dos isocianatos anionicamente modificados ou a partir de isocianatos de polietileno contendo óxido ou misturas desses tipos e o isocianato (A), não é carregado, mas não é um isocianato contendo polietileno.

O processo tem a vantagem de que microcápsulas de um tamanho pré-determinado ou a distribuição de tamanho pode ser produzida de uma maneira almejada, sendo possível aqui produzir microcápsulas em particular relativamente pequenas, com diâmetros de 10 a 60 µm. Além do mais, cápsulas com uma maior estabilidade mecânica são obtidas. Aqui, em particular, aquelas cápsulas são obtidas, cujos invólucros têm apenas uma permeabilidade baixa para os ingredientes líquidos.

Em princípio, uma solução aquosa do coloide protetor é sempre produzida, e por isso os isocianatos (A) e (B) são dissolvidos no óleo de fragrância, que mais tarde forma o núcleo das microcápsulas, os componentes de amina são depois adicionados e a mistura é aquecida até formar uma emulsão. A temperatura para a reação dos isocianatos com os componentes de amina deve ser pelo menos 60 ° C, mas melhor 70 ° C, mas de preferência 75 a 90 ° C e, em particular 85 a 90 ° C, a fim de garantir o progresso da reação suficientemente rápido.

Aqui, pode ser preferível aumentar a temperatura por estágios (por exemplo, em cada caso, por 10 ° C), até que, em seguida, após a conclusão da reação, a dispersão é resfriada até à temperatura ambiente (21 ° C). O tempo de reação depende tipicamente das quantidades e temperatu-

ras usadas. Normalmente, no entanto, a temperatura elevada para formar as microcápsulas é estabelecida entre ca. 60 minutos a 6 horas ou até 8 horas.

De acordo com o presente ensinamento, a adição da amina, de preferência também tem lugar com a entrada de energia, por exemplo, usando um aparelho de agitação.

Para formar uma emulsão no presente processo, as misturas respectivas são emulsionadas através de processos conhecidos pela pessoa versada na técnica, por exemplo, pela introdução de energia para a mistura através de agitação usando um agitador adequado até a mistura emulsificar.

10 O pH é de preferência ajustado usando bases aquosas, sendo dada preferência à utilização de uma solução de hidróxido de sódio (por exemplo 5% de potência em peso).

É essencial para o processo que pelo menos dois isocianatos estruturalmente diferentes (A) e (B) sejam usados. Eles podem ser adicionados na forma de uma mistura ou separadamente um do outro no processo de pré-mistura aquosa (1) contendo o coloide protetor e são depois emulsionados e reagidos com a amina. Também é concebível medir em ambas as misturas de (A) e (B), e também os isocianatos individuais (A) e (B) separadamente, em momentos diferentes.

20 Em uma modalidade preferida, o processo é realizado como a seguir:

(a) uma pré-mistura (I) é preparada a partir de água e um coloide protetor;

(b) esta pré-mistura é ajustada para um pH na faixa de 5 a 12;

25 (c) uma pré-mistura adicional (II) é preparada a partir do óleo de fragrância, juntamente com os isocianatos (A) e (B);

(d) as duas pré-misturas (I) e (II) são reunidas, até se formar uma emulsão e,

(e) a amina pelo menos bifuncional é depois dosada na emulsão a partir da etapa (d) e,

30 (f) a emulsão é depois aquecida a temperaturas de pelo menos 60 ° C até que as microcápsulas são formadas.

Pode ser vantajoso ajustar o pH na etapa (b) para valores de 8 a 12. Apropriadas aqui são bases aquosas, de preferência, solução de hidróxido de sódio aquoso. A formação da emulsão na etapa (d), mas também na etapa (e) é, preferivelmente assegurada usando um agitador adequado.

- 5 Outra modalidade do mesmo modo preferida prevê que
- (a) uma pré-mistura (I) é preparada a partir de água e um coloide protetor;
 - (b) esta pré-mistura é ajustada para um pH na faixa de 5 a 12;
 - (c) uma pré-mistura adicional (II) é preparada a partir de um óleo
- 10 de fragrância com o isocianato (A);
- (d) uma emulsão é formada a partir das pré-misturas (I) e (II) por meio de agitação e para esta
 - (e) é adicionado o segundo isocianato (B) e, depois, o pH da emulsão é ajustado para um valor de 5 a 10;
- 15 (f) e, em seguida, a amina pelo menos bifuncional é dosada para a emulsão da etapa (e) e,
- (g) em seguida, aquecida a temperaturas de pelo menos 60 ° C até que as microcápsulas são formadas.

Neste procedimento, os isocianatos (A) e (B) são adicionados

20 separadamente ao coloide protetor antes da adição da amina e a reação para se obter as microcápsulas tem lugar. A formação da emulsão - tal como a mistura na etapa (e) também tem lugar aqui preferivelmente usando um aparelho de agitação.

O pH na etapa (e) é preferivelmente ajustado para valores de 7,5

25 a 9,0. Para a etapa (b), o valor pode também ser ajustado de 8 a 12. Adequadas para esta finalidade são, em particular bases aquosas, de preferência solução de hidróxido de sódio aquosa.

Microcápsulas

No contexto dos ensinamentos presentes, as microcápsulas

30 possuem um invólucro feito de um produto de reação de pelo menos dois isocianatos diferentes, pelo menos bifuncionais com aminas, de preferência, com poliaminas. A reação é uma policondensação entre os isocianatos e as

aminas, o que leva a um derivado de poliureia.

As microcápsulas podem estar presentes sob a forma de dispersões aquosas, a fração em peso destas dispersões nas cápsulas, sendo de preferência entre 15 e 45% em peso e de preferência 20 a 40% em peso. As microcápsulas têm um diâmetro médio na faixa de 1 a 500 μm e preferivelmente entre 1 e 50 μm ou de 5 a 25 μm .

A quantidade de óleo de fragrância pode variar na faixa de 10 a 95% em peso, com base no peso das cápsulas, em que frações de 70 a 90% em peso, pode ser vantajosa. Como resultado do processo, cápsulas são obtidas as quais tipicamente têm proporções de núcleo/invólucro (p/p) 20:1 a 1:10, preferivelmente de 5:1 a 2:1 e em particular de 4:1 a 3:1.

As microcápsulas, que são produzidas pelo presente processo são de preferência isentas de formaldeído.

Coloide protetor

Durante a reação entre o isocianato e as aminas, um coloide protetor deve estar presente. Isto é, preferivelmente, uma polivinilpirrolidona (PVP). Coloides de proteção são sistemas de polímeros os quais, em suspensões ou dispersões, impedem uma aglutinação em conjunto (coagulação, aglomeração, floculação) das substâncias em suspensão, emulsionadas ou dispersas. Durante solvatação, coloides protetores ligam grandes quantidades de água e em soluções aquosas produzem viscosidades elevadas, dependendo da concentração. Dentro do contexto do processo aqui descrito, o coloide protetor pode também ter propriedades emulsificantes. A solução aquosa de coloide protetor é também preferivelmente preparada com agitação.

O coloide protetor pode ser, mas não tem de ser, um constituinte do invólucro da cápsula, com quantidades de 0,1 a no máximo 15% em peso, mas de preferência no intervalo de 1 a 5% em peso e em particular de 1,5 a 3% em peso, com base no peso das cápsulas, sendo possível aqui.

Isocianatos

Os isocianatos são derivados orgânicos N substituídos ($\text{R-N}=\text{C}=\text{O}$) de ácido isociânico (HNCO) tautomérico no estado livre com ácido

ciânico. Isocianatos orgânicos são compostos nos quais o grupo isocianato ($-N=C=O$) está ligado a um radical orgânico. Isocianatos polifuncionais são aqueles compostos com dois ou mais grupos isocianato na molécula.

De acordo com a invenção, isocianatos pelo menos bifuncionais, de preferência, polifuncionais são utilizados, isto é, todos aromáticos, alicíclicos e isocianatos alifáticos são adequados, desde que tenham pelo menos dois grupos isocianato reativos.

Os isocianatos polifuncionais adequados contêm, preferivelmente, em média, 2 a no máximo 4 grupos NCO. É dada preferência à utilização de di-isocianatos, ou seja, os ésteres de ácido isociânico com a estrutura geral $O=C=N-R-N=C=O$, em que R' aqui é radical alifático, alicíclico ou aromático.

Isocianatos adequados são, por exemplo, di-isocianato de 1,5-naftileno, di-isocianato 4,4'-difenilmetano (MOI), MDI hidrogenado (H12MDI), xilileno di-isocianato (XDI), di-isocianato de tetrametilxilol (TMXDI), di-isocianato de 4,4'-difenil-dimetilmetano, di-isocianato de di e tetralquildifenilmetano, di-isocianato de 4,4'-dibenzila, di-isocianato de 1,3-fenileno, di-isocianato de 1,4-fenileno, os isômeros de di-isocianato de tolileno (TDI), opcionalmente em uma mistura, 1-metil-2,4-di-isocianatociclo-hexano, 1,6-di-isocianato-2,2,4-trimetilhexano, 1,6-di-isocianato-2,4,4-trimetilhexano, 1-isocianatometil-3-isocianato-1,5,5-trimetilciclo-hexano, di-isocianatos clorados e bromados, di-isocianatos contendo fósforo, 4,4'-di-isocianatofenilperfluoroetano, 1,4-di-isocianato de tetrametoxibutano, 1,4-di-isocianato butano, 1,6-di-isocianato hexano (HDI), di-isocianato de dicro-hexilmetano, 1,4-di-isocianato ciclo-hexano, di-isocianato de etileno, éster bis-isocianatoetil de ácido ftálico, também poliisocianatos com átomos de halogênio reativos, tais como 2,4-di-isocianato de clorometilfenil, 2,6-di-isocianato de 1-bromometilfenil, 4,4'-difenildi-isocianato de 3,3-bis-clorometil éter. Os poli-isocianatos que contêm enxofre são obtidos, por exemplo, por reação de 2 moles de di-isocianato de hexametileno com 1 mol de tiodiglicol ou sulfeto de dihidroxidihexila. Outros di-isocianatos apropriados são di-isocianato de trimetil-hexametileno, 1,4 di-isocianatobutano, 1,2-di-

isocianatododecano e dímero de di-isocianato de ácido graxo.

Uma característica essencial do presente processo é a utilização obrigatória de dois isocianatos estruturalmente diferentes (A) e (B).

Isocianatos adequados do tipo (A) são compostos pelo menos
5 bifuncionais (isto é, compostos contendo pelo menos dois grupos isocianato $-N=C=O$).

Representantes típicos podem ser di-isocianato de hexametileno (HDI), ou derivados dos mesmos, por exemplo, HDI biureto (comercialmente disponível, por exemplo, como Desmodur N3200), trímeros HDI (comercial-
10 mente disponível como Desmodur N3300) ou então di-isocianatos diciclohexilmetano (comercialmente disponível como Desmodur W). 2,4-di-isocianato de tolueno ou di-isocianato de difenilmetano é igualmente adequado.

O segundo isocianato do tipo (B) é estruturalmente diferente do
15 isocianato do tipo (A) e, especificamente, o isocianato do tipo (B) deve ser ou um isocianato anionicamente modificado ou um isocianato contendo óxido de polietileno (ou quaisquer misturas desejadas destes dois tipos de isocianato).

Os isocianatos anionicamente modificados são conhecidos per
20 se. Preferivelmente, estes isocianatos do tipo (B) contêm pelo menos dois grupos isocianato na molécula. Um ou mais radicais de ácido sulfônico estão preferivelmente presentes como grupos aniônicos. De preferência, isocianatos do tipo (B) são selecionados os quais são oligômeros, em particular, trímeros, de 1,6-di-isocianato hexano (HDI). Os produtos comerciais destes isoci-
25 anatos anionicamente modificados são conhecidos, por exemplo, sob a marca Bayhydur (Bayer), por exemplo, Bayhydur XP.

Isocianatos contendo óxido de polietileno (com pelo menos dois grupos isocianato) também são conhecidos e estão descritos, por exemplo, em EUA 5.342.556. Alguns destes isocianatos são autoemulsificados em
30 água, o que pode ser vantajoso dentro do contexto do presente processo, uma vez que pode ser possível distribuir com uma etapa separada de emulsão.

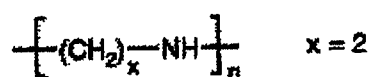
A proporção em peso dos dois isocianatos (A) e (B) é ajustada de preferência no intervalo de 10:1 a 1:10, mas em particular no intervalo de 5:1 a 1:5 e, em particular, na faixa de 3:1 a 1:1.

É também possível usar misturas de isocianatos de diferentes tipos (A) e (B). Além dos isocianatos (A) e (B), outros isocianatos podem também ser utilizados adicionalmente no processo de acordo com a invenção.

De preferência, no entanto, apenas isocianatos anionicamente modificados são usados como componente (B) no processo da presente invenção.

10 Aminas

Pelo menos, aminas bifuncionais, mas preferivelmente polietilenoiminas (PEI), são usadas como componente adicional no processo de acordo com a invenção. Polietilenoiminas são geralmente polímeros nas cadeias principais dos quais existem grupos NH, que são separados um do outro, em cada caso por dois grupos de metileno:



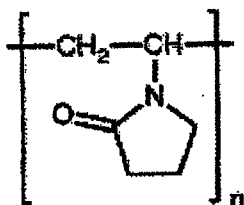
Polietilenoiminas pertencem aos polieletrólitos e os polímeros complexadores. Polietilenoiminas lineares, de cadeia curta, com uma fração correspondentemente elevada de grupos amino primários, ou seja, produtos com a fórmula geral $\text{H}_2\text{N} [\text{CH}_2\text{—CH}_2\text{—NH}]_n\text{H}$ ($n = 2$: dietilenotriamina, $n = 3$: trietilenotetramina, $n = 4$: tetraetilenopentamina) são, por vezes, chamados polietilenoaminas ou polialquilenopoliaminas.

Nos processos de acordo com a invenção, polietilenoiminas com um peso molecular de pelo menos 500 g / mol, de preferência 600 a 30.000 ou 650 a 25.000 g / mol e, em especial 700 a 5000 g / mol ou 850 a 2500 g / mol, são de preferência utilizados.

Coloides protetores

No processo de acordo com a invenção, PVP é usado como colóide protetor. PVP é a abreviatura de polivinilpirrolidonas (também conheci-

das como polividona). De acordo com Römpp Chemie Lexikon, Online-edição 3.6, 2010, elas são [poli (1-vinilpirrolidin-2-onas)], isto é, polímeros (polímeros de vinil), que se adaptam à fórmula geral:



Polivinilpirrolidonas comerciais padrão têm massas molares na
 5 faixa de ca. 2500 - 750.000 g / mol, que são caracterizadas indicando os valores de K e por ter - dependendo do valor de K - temperaturas de transição vítrea 130 a 175 ° C. Eles são fornecidos como pós brancos, higroscópicos ou como solução aquosa.

Nos processos de acordo com a invenção, é dada preferência à
 10 utilização de PVPs com um peso molecular elevado, isto é, mais de 400.000 g / mol e de preferência de 500.000 g / mol a 2.000.000 g / mol. Além disso, é preferível para as polivinilpirrolidonas ter um valor de K de mais do que 60, preferivelmente mais do que 75 e, em particular, mais do que 80. Uma faixa preferida é entre 65 e 90 para o valor de K.

15 Óleo de fragrância

As microcápsulas produzidas usando o processo descrito acima contêm um núcleo de óleo aromático. Os isocianatos devem ser solúveis no óleo que forma o núcleo.

O termo "óleo aromático" denota uma ou a mistura de compo-
 20 nentes de perfume, opcionalmente misturados com um solvente adequado, transportador, diluente ou outro adjuvante, que se destina a ser utilizado para conferir um odor desejado a um produto de consumo.

Todos os tipos de ingredientes de perfume podem ser empregados como será claro para a pessoa versada na técnica e não é necessário
 25 prover uma lista exaustiva aqui. Exemplo de componentes de perfumes e misturas dos mesmos que podem ser usados para a preparação de tais óleos aromáticos podem incluir produtos naturais, como óleos essenciais, ab-

solutos, resinoides, resinas, betão, etc., e componentes sintéticos perfumes, como hidrocarbonetos, álcoois, aldeídos, cetonas, éteres, ácidos, ésteres, acetais, cetais, nitrilas, etc, incluindo compostos saturados e insaturados, compostos alifáticos, carbocíclicos e heterocíclicos. Exemplos de tais componentes de perfume são: geraniol, acetato de geranils, linalol, acetato de linalila, tetra-hidrolinalol, citronelol, acetato de citronelila, di-hidromircenol, acetato de di-hidromircenila, tetra-hidromircenol, terpineol, acetato de terpinila, nopol, acetato de nopila, 2-fenil-etanol, acetato de 2-feniletila, álcool benzílico, acetato de benzila, salicilato de benzila, benzoato de benzila, acetato de estiralila, salicilato de amila, dimetilbenzilcarbinol, acetato de triclorometilfenicarbinila, p-terc.butilciclo-hexila acetato, acetato de isononila, acetato de vetiverila, vetiverol, aldeído alfa-n-amilcinâmico, aldeído alfa-hexilcinâmico, 2-metil-3-(p-terc.butilfenil) propanal, 2-metil-3-(p-isopropilfenil)propanal, 3-(p-terc.butilfenil), acetato de triciclodecenila, propionato de triciclodecenila, 4-(4-hidróxi-4-metilpentil)-3-ciclo-hexenocarbaldeído, 4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclo-hexenocarbaldeído, 4-acetóxi-3-pentiltetra-hidropirano, dihidrojasmonato de metila, 2-n-heptilciclopentanona, 3-metil-2-pentilciclopentanona, n-decanal, n-dodecanal, 9-decenol-1, fenoxietila isobutirato, fenilacetaldeído dimetil acetal, fenilacetaldeído dietil acetal, geranonitrila, citronolonitrila, acetato de cedrila, 3-isocamfilciclo-hexanol, éter metilcedrila, isolongifolanona, aubepina nitrila, aubepina, heliotropina, cumarina, eugenol, vanilina, óxido de difenila, hidroxicitronelal, iononas, iononas metílicos, iononas isometílicas, ironas, cis-3-hexenol e seus ésteres, fragrâncias almíscar indano, fragrâncias almíscar tetralina, fragrâncias de almíscar isocroman, cetonas macrocíclicas, fragrâncias almíscar macrolactona, brassilato etileno, fragrâncias nitroalmíscar aromáticos. Os óleos aromáticos podem também conter precursor ou pró-fragrâncias de quaisquer ingredientes de perfume, incluindo qualquer um dos especificamente mencionados acima.

Os solventes apropriados, diluentes ou veículos para perfumes, como mencionado acima, são, por exemplo: etanol, isopropanol, éter monoetílico de dietileno-glicol, dipropileno-glicol, ftalato de dietila, citrato de trietila e similares. Exemplos de materiais transportadores, diluentes, solventes

e outros agentes auxiliares geralmente usados em conjunto com óleos aromáticos podem ser encontrados em, por exemplo, em S. Arctander, "Perfume and Flavour Materials of Natural Origin", Elizabeth, New Jersey, 1960, S. Arctander, "Perfume and Flavour Chemicals", vol. I e II, Allured Publishing Corporation, Carol Stream, 1994, e J.M. Nikitakis (Ed.), "CTFA Cosmetic Ingredient Handbook", 1ª ed., The Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association, Inc., Washington, 1988.

A invenção provê ainda dispersões aquosas compreendendo 5 a 50% em peso, com base no peso total da dispersão, de preferência de 15 a 40%, em peso, de microcápsulas, que podem ser produzidas pelo processo acima. Uma faixa ainda mais preferida está entre 20 e 35% em peso. Estas dispersões aquosas são de preferência obtidas diretamente a partir do processo descrito acima.

As dispersões de microcápsulas que são obtidas pelo presente processo podem ser usadas para perfumar todo o tipo de produtos de consumo. Uma lista exaustiva de produtos de consumo não pode ser dada aqui e a pessoa versada iria apreciar o escopo de aplicação para tais microcápsulas. Exemplos ilustrativos de produtos de consumo incluem todas as aplicações de lavanderia, incluindo amaciantes, detergentes líquidos e detergentes em pó, todas as aplicações de cuidados pessoais e para o cabelo, incluindo xampu, condicionadores, cremes de pentear, condicionadores leave on, creme de modelar, sabonetes, cremes para o corpo e similares; desodorantes e antitranspirantes, e todas as aplicações de limpeza doméstica.

A presente invenção fornece ainda microcápsulas de preferência isentas de formaldeído contendo um núcleo de óleo aromático, e um invólucro de um produto de reação de pelo menos dois tipos diferentes de isocianatos, pelo menos, bifuncionais (A) e (B), em que o isocianato (B) tem de ser um isocianato anionicamente modificado ou um óxido de polietileno contendo isocianato ou misturas dos tipos, e uma amina pelo menos bifuncional, com a ressalva que, durante a produção das microcápsulas a relação de peso entre os isocianatos (A) e (B) está na faixa de 10:1 a 1:10. De preferência, as proporções em peso acima mencionadas podem ser ajustadas,

onde a relação de 3:1 a 1:1 pode ser atribuída uma importância particular.

As microcápsulas têm de preferência diâmetros de 1 a 50 µm e de preferência diâmetros de 2 a 45 µm. Elas podem estar presentes na forma de uma dispersão aquosa, em que a fração das cápsulas pode ser de 1 a 90% em peso, mas preferivelmente de 5 a 50%, em peso.

Em seguida uma série de exemplos que servem para ilustrar a invenção.

Exemplo 1 - Encapsulagem

Uma fase oleosa foi preparada quando Desmodur W (Bayer) e Bayhydur XP2547 (Bayer) foram adicionados em óleo de perfume a um nível de 12,6% e 3,4%, respectivamente.

Uma fase aquosa (Solução S1) foi preparada por adição de Luviskol K90 (BASF) para a água, a um nível de 4,5%. O pH da solução foi ajustado a 10 por adição de um tampão pH = 10 a 0,5%.

Uma fase aquosa (Solução S2) foi preparada pela adição de Lupasol PR8515 (BASF) para água, a um nível de 20%.

As cápsulas foram preparadas de acordo com o procedimento a seguir:

300g da fase de óleo foram misturados com 600 g de solução S1, de modo a formar uma emulsão de óleo-em-água, em um reator de 1 litro equipado com um agitador MIG operacional em 1000 rpm. Após 30 minutos de mistura, 100 g de solução S2 foram adicionados ao longo de um período de 1 minuto. Após 30 minutos, a pasta foi aquecida até 70 ° C (1H), em seguida, mantida durante 2 horas a 70 ° C, depois aquecida a 80 ° C e mantida durante 1 hora a 80 ° C, em seguida, aquecida a 85 ° C e mantida durante 1 hora a 85 ° C, depois arrefecida a 70 ° C e mantida durante 1 hora a 70 ° C antes de arrefecimento final a 25 ° C.

Exemplo 2 - Aplicação em Cuidados com o Cabelo

Teste de troca de cabelo foi realizado usando os protocolos de cabelo padrão com uma dosagem de perfume de 0,2%. As cápsulas foram preparadas de acordo com a receita dada no exemplo 1. A composição de perfume é dada na tabela abaixo. O desempenho das cápsulas foi avaliado

através de uma comparação direta com o perfume livre (óleo não encapsulado).

	%
AGRUMEX	30
AMIL BUTIRATO	2,5
GALBANONA	10
ETIL 2 METIL BUTIRATO	2,5
HEXIL ACETATO	5
NECTARIL	5
PECHE PURO	10
PRENIL ACETATO	6
TRIPLAL	4
VERDIL ACETATO	25

Protocolo para xampu

- Mudas usadas: cabelo europeu, virgem, não danificado (mas reutilizado diversas vezes)
 - Molhar a muda com água morna e colocar na balança de pesagem
 - Espremer 2,5 g de shampoo ao longo da muda usando uma seringa
 - Massagear o shampoo na muda de cabelo por 30 segundos
 - Deixar a muda com espuma de molho por 1 minuto antes de enxaguar em água corrente morna por aprox. 30 segundos
 - Espremer a muda entre dois dedos para remover o excesso de água
 - Muda seca; ou pendurar ao ar seco ou imediatamente secar com sopro usando um secador de cabelo.
 - Deixar amostras secas no ar penduradas em uma sala livre de odores por 24 horas
 - Avaliar cada muda antes e depois de pentear com o uso de uma escala de 10 pontos:
- 0 = Ausência de odor, 9 = muito forte

Protocolo para o condicionador de cabelo:

O mesmo protocolo foi seguido para o condicionador de cabelo exceto que as mudas de cabelo são pré-lavadas com xampu sem perfume antes de o condicionador ser aplicado

Amostra	Desempenho do shampoo (antes / depois de pentear)	Desempenho do condicionador (antes / depois de pentear)
Óleo livre	0,2 / 0,2	0,5 / 0,5
Cápsula	2,2 / 3,9	3,8 / 6,1

Exemplo 3 – Aplicação de cuidados com roupas

As cápsulas foram preparadas de acordo com a receita dada no Exemplo 1. A composição de perfume é dada na tabela abaixo. O desempenho das cápsulas foi avaliado através de uma comparação direta com o perfume livre (óleo não encapsulado), em amostras recentemente preparadas e depois de um mês de armazenamento a 37 ° C.

	%
AGRUMEX	30
AMIL BUTIRATO	2.5
GALBANONA	10
ETIL 2 METIL BUTIRATO	2.5
HEXIL ACETATO	5
NECTARIL	5
PECHE PURO	10
PRENIL ACETATO	6
TRIPAL	4
VERDIL ACETATO	25

Protocolo para aplicação de detergentes de tecido

- 15 - Condições de lavagem: 100g de detergente em pó perfumado, 1 kg de toalhas de algodão, máquina de lavar roupa europeia. As amostras perfumadas foram preparadas com um nível de perfume de 0,5% em uma base de detergente em pó padrão e as condições de lavagem usadas foram as seguintes:

- peso total da lavagem foi de 1 kg,

- máquinas europeias,
- avaliação é feita antes e depois de esfregar, das toalhas secas em varal e secas na secadora, usando uma escala de 5 pontos: 0 = nenhum odor; 5 = muito forte.

5 Protocolo para aplicação amaciante

- As amostras perfumadas foram preparadas com um nível de perfume de 0,5% em uma base de condicionador de tecido padrão compreendendo amônio Quaternium a 13% ARQUAD 2HT75 da Akzo, 0,3% de silicone Dow Corning DB110 da Dow Corning, 0,6% de CaCl₂ de Merck e Bronidox a 0,15% da Henkel e as condições de lavagem usadas foram as seguintes:

- o peso total da lavagem foi de 0,2 kg,
- lavagem com pó de lavanderia não perfumado (90g de pó de lavanderia interna padrão Givaudan) feito antes de adicionar 35g do condicionador de tecido perfumado,
- máquinas europeias,
- avaliação é feita antes e depois de esfregar, em toalhas secas no varal e em secadora, usando uma escala de 5 pontos: 0 = nenhum odor; 5 = muito forte.

Desempenho de detergente em pó (antes/depois de esfregar)				
Amostra	Preparada recentemente		Após 1 mês de armazenagem a 37°C	
	Seca no varal	Seca na secadora	Seca no varal	Seca na secadora
Óleo livre	1 / 1	0,5 / 0,5	0,5 / 0,5	0,5 / 0,5
Cápsula	2,5 / 3,5	3 / 3,5	1 / 3	3 / 4

Desempenho no condicionador de tecido (antes / depois de esfregar)				
Amostra	Recentemente preparada		Após um mês de armazenagem a 37°C	
	Seca no varal	Seca na secadora	Seca no varal	Seca na secadora
Óleo livre	1,5 / 1,5	1 / 1	1 / 1	0,5 / 0,5
Cápsula	2 / 3,5	2 / 3	1 / 3,5	1,5 / 3,5

REIVINDICAÇÕES

1. Produto de consumo, caracterizado pelo fato de que é selecionado do grupo que consiste em aplicações de lavandaria, incluindo amaciantes, detergentes líquidos e detergentes em pó; aplicações de cuidados pessoais e para o cabelo, incluindo shampoo, condicionadores, cremes de pentear, condicionadores leave on, creme de modelar, sabonetes, cremes para o corpo, desodorizantes e anti-transpirantes, e aplicações de limpeza doméstica, contendo microcápsulas que compreendem um núcleo de óleo aromático, e um invólucro de um produto de reação de pelo menos dois tipos diferentes de isocianatos, pelo menos, bifuncionais (A) e (B), em que o isocianato (B) deve ser um isocianato anionicamente modificado ou um isocianato contendo óxido de polietileno ou misturas destes tipos, e uma amina pelo menos bifuncional, com a ressalva de que, durante a produção das microcápsulas a relação de peso entre os isocianatos (A) e (B) está na faixa de 10:1 a 1:10.
2. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a microcápsula tem um diâmetro de 1-50 μm .
3. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 1 ou reivindicação 2 caracterizado pelo fato de que a microcápsula está presente sob a forma de uma dispersão aquosa.
4. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que as microcápsulas são produzidas por um processo em que uma solução aquosa de um colóide protetor e uma solução de uma mistura de pelo menos dois estruturalmente diferentes diisocianatos pelo menos bifuncionais (A) e (B) em um óleo aromáticos são juntos até se formar uma emulsão, em que uma amina pelo menos bifuncional é então adicionada, e que é, então, aquecida a temperaturas de pelo menos 60 °C até que as microcápsulas são formadas, em que o isocianato (B) é selecionado de isocianatos anionicamente modificados ou de isocianatos contendo óxido de polietileno e o isocianato (A) é não carregado e não é um isocianato contendo óxido de polietileno.
5. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que a polivinilpirrolidona é utilizada como colóide de prote-

ção.

6. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que o isocianato (A) é selecionado do grupo consistindo de 1,6-diisocianato de hexano, 1,6-diisocianato de hexano biureto ou oligo-
5 meros de 1,6-diisocianato de hexano, em particular trímeros ou dicitclohexano-metileno diisocianato.

7. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 6, caracterizado pelo fato de que o isocianato (B) é selecionado do grupo de di-isocianatos anionicamente modificados, que contêm pelo menos
10 um grupo ácido sulfônico, de preferência um grupo ácido aminosulfônico, na molécula.

8. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 7, caracterizado pelo fato de que a amina pelo menos bifuncional usada é uma polietilenoimina.

9. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 8, caracterizado pelo fato de que a proporção de peso entre os isocianatos (A) e (B) está na faixa de 10:1 a 1:10, de preferência 5:1 a 1:5 e em particular 3:1 a 1:1.
15

10. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 9, caracterizado pelo fato de que a proporção núcleo-invólucro (p/p) das microcápsulas é 20:1 a 1:10, de preferência 5:1 a 2:1 e em particular, 4:1 a 3:1.
20

11. Produto de consumo de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 10, caracterizado pelo fato de que o processo de formação das microcápsulas prossegue de acordo com os passos seguintes:
25

(A) uma pré-mistura (I) é preparada a partir de água e um colóide protetor;

(B) esta pré-mistura é ajustada para um pH na faixa de 5 a 12;

(C) uma pré-mistura adicional (II) é preparada a partir do óleo aromático, juntamente com os isocianatos (A) e (B);
30

(D) as duas pré-misturas (I) e (II) são reunidas, até formar uma emulsão e

(E) a amina pelo menos bifuncional é depois dosada para a emulsão da etapa (d) e

(F) a emulsão é, em seguida, aquecida a temperaturas de pelo menos 60 °C até que as microcápsulas são formadas.

5 12. Produto de consumo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que o pH na etapa de processo (b) é ajustado para 8 a 12.

10 13. Utilização de microcápsulas de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizada pelo fato de perfumar um produto de consumo selecionado do grupo que consiste em aplicações de lavanderia, incluindo amaciadores, detergentes líquidos e detergentes em pó; aplicações de cuidados pessoais e para o cabelo, incluindo shampoo, condicionadores, cremes de pentear, condicionadores leave on, creme de modelar, sabonetes, cremes para o corpo, desodorantes e anti-transpirantes, e aplicações de limpeza doméstica.