



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

(11) BR 112017007586-5 B1



(22) Data do Depósito: 27/10/2015

(45) Data de Concessão: 01/12/2020

(54) Título: COMPOSIÇÃO PARA PERFUME ENCAPSULADO, SEU MÉTODO DE FORMAÇÃO E PRODUTO PARA HIGIENE PESSOAL SEM ENXAGUE

(51) Int.Cl.: A61Q 13/00; A61Q 15/00; A61K 8/84; A61K 8/11; C11D 3/50.

(30) Prioridade Unionista: 07/11/2014 EP 14290337.6.

(73) Titular(es): GIVAUDAN SA.

(72) Inventor(es): EMMANUEL AUSSANT; ADDI FADEL; IAN MICHAEL HARRISON; CHRISTIAN QUELLET; EWELINA BURAKOWSKA-MEISE; WOLFGANG DENUELL; THOMAS SOLTYS.

(86) Pedido PCT: PCT EP2015074813 de 27/10/2015

(87) Publicação PCT: WO 2016/071151 de 12/05/2016

(85) Data do Início da Fase Nacional: 12/04/2017

(57) Resumo: Uma composição para perfume encapsulado para uso nos produtos de higiene pessoal adaptada para ser aplicada a e deixada sobre a pele ou cabelo de um indivíduo humano ou animal, a dita composição para perfume encapsulado compreendendo uma ou mais cápsulas de poliureia que possuem um diâmetro volumétrico médio de 20 a 90 micra e um peso dos envoltórios que é de 5 a 40% com base no peso total das cápsulas.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
"COMPOSIÇÃO PARA PERFUME ENCAPSULADO, SEU MÉTODO DE FORMAÇÃO E PRODUTO PARA HIGIENE PESSOAL SEM ENXAGUE".

[0001] A presente invenção está relacionada com uma composição para perfume encapsulado, que compreende uma ou mais cápsulas do tipo núcleo-envoltório ("core-shell"), em que o núcleo contém um perfume e o envoltório contém uma resina de poliureia (daqui por diante "cápsulas de poliureia"). A invenção também se refere a produtos para consumo que contêm a dita composição.

[0002] As composições para perfume encapsulado são conhecidas na técnica. Elas podem ser formadas por um processo de revestimento de pequenas partículas sólidas ou gotículas líquidas em um filme fino de material para cápsula. Embora virtualmente qualquer material de revestimento, conceitualmente pelo menos, é um candidato a material para envoltório de cápsula, na prática, por razões comerciais e razões reguladoras, atualmente há relativamente poucos materiais que tenham sido usados em produtos comerciais. A seleção para o material do envoltório da cápsula é determinada por vários fatores incluindo o custo, a disponibilidade, facilidade de processamento e propriedades de barreira inerentes. Definir um material ótimo para o envoltório para uma dada aplicação pode ser complexo já que vários parâmetros que interagem determinam o sucesso de um dado material para envoltório de cápsula.

[0003] Composições para perfume encapsulado estão sendo usadas com frequência crescente em uma grande variedade de produtos de consumo, incluindo produtos para higiene doméstica e cuidados pessoais. Na área dos desodorantes e antiperspirantes, dois tipos de material de envoltório têm sido empregados em aplicações comerciais, de acordo com o conhecimento do

requerente. Cápsulas de amido do tipo núcleo-envoltório têm sido empregadas em produtos desodorantes e antiperspirantes comerciais por sua habilidade de liberar o perfume quando umedecidas pelo suor. Por outro lado, composições para perfume encapsulado com base em cápsulas de núcleo-envoltório de gelatina têm sido empregadas em produtos desodorantes e antiperspirantes comerciais por sua habilidade de se partir e liberar o perfume em resposta à ação mecânica, por exemplo, pressionando ou esfregando contra a pele ou cabelo ou artigos de vestuário.

[0004] Cápsulas do tipo núcleo-envoltório de gelatina são tipicamente formadas pelo processo de coacervação complexa. Esse processo é bem conhecido na técnica e ocorre quando a gelatina e outro coloide em uma fase aquosa externa de uma emulsão de óleo em água são induzidos a coacervar e absorver sobre a superfície de gotículas de óleo dispersas na fase externa. Uma característica desse processo é que todos os materiais que formam o envoltório estão contidos em uma fase única – a fase aquosa externa. Os materiais constituintes que formam o envoltório se difundem ou migram através dessa fase única para alcançar a interface de óleo em água e formar o envoltório. Adicionalmente, quando perfumes encapsulados se formam dessa maneira, é empregada tipicamente como a fase dispersa, gotículas de um óleo sacrificial ou solvente que possuem um $C \log P$ muito elevado. A tensão interfacial alta formada na interface óleo-água promove a formação do envoltório da cápsula com espessura substancialmente uniforme. As cápsulas em branco que são formadas, podem então ser imersas em uma composição de perfume, que se difunde nos núcleos da cápsula para deslocar ou deslocar substancialmente, o óleo sacrificial ou solvente para formar uma composição para perfume encapsulado.

[0005] EP 2 221 039 e EP 2 179 719 descrevem composições desodorantes e antiperspirantes que contêm as composições para perfume encapsulado baseadas em cápsulas de núcleo-envoltório de gelatina. As cápsulas são caracterizadas por exibir uma espessura do envoltório muito bem definida e regular.

[0006] As composições para perfume encapsulado baseadas nas cápsulas de núcleo-envoltório de poliureia também são conhecidas na técnica. Essas cápsulas são formadas por um processo de polimerização interfacial. Uma emulsão de óleo em água é preparada como no processo de coacervação descrito acima, mas nesse processo, os materiais que formam o envoltório estão contidos em ambas as fases oleosa dispersa e aquosa contínua. Significativamente, o material que forma o envoltório deve se difundir através de duas fases diferentes a fim de atingir a interface de óleo-água antes de reagir para formar o envoltório da cápsula. As propriedades ou características do envoltório serão diretamente afetadas pela composição da fase oleosa, que no caso de um perfume oleoso, conterá tipicamente dezenas ou até centenas de ingredientes de perfume diferentes, cada um possuindo suas próprias propriedades físicas e químicas (tais como a solubilidade e o coeficiente de partição). A taxa na qual um material que forma o envoltório será capaz de se difundir em direção à interface de óleo-água variará dependendo da composição do complexo perfume-óleo. Como resultado, a morfologia da cápsula, em particular a espessura e a uniformidade da cápsula, podem ser difíceis de controlar precisamente.

[0007] Até agora, o requerente não está ciente de quaisquer aplicações comerciais nas quais a fragrância é liberada a partir de cápsulas do tipo núcleo-envoltório de poliureia.

[0008] É conhecido o emprego de composições para perfume

encapsulado em produtos de higiene pessoal sem enxague para perfumar o corpo humano e do animal e para contra-atacar o mau odor. Produtos sem enxágue são aqueles produtos para higiene pessoal que são adaptados para aplicação tópica no cabelo ou na pele do indivíduo e deixados sobre o corpo por um período de tempo prolongado. Categorias particularmente importantes de produtos sem enxague para o consumidor moderno são os desodorantes e antiperspirantes. O odor corporal é indesejável e pode até ser considerado não higiênico e antissocial. Os odores corporais emanam como resultado da ação da microflora sobre o suor humano. O banho regular para remover o suor pode visar o acúmulo de mau odor corporal, mas nem sempre é prático ou possível tomar banho em uma base frequente. Consequentemente, a aplicação de desodorantes e antiperspirantes tem se tornado um aspecto importante dos regimes modernos de higiene corporal.

[0009] Um problema comum para encapsular as composições de perfume através de todas as categorias de aplicação, incluindo desodorantes e antiperspirantes, é a retenção do perfume e a prevenção do vazamento sem controle do perfume das cápsulas para o meio circundante no qual elas estão dispersas. Quando as composições para perfume encapsulado são colocadas em produtos para o consumidor, elas podem sofrer sérios problemas de estabilidade, tais como o rompimento da cápsula sob o efeito da pressão osmótica ou a extração do perfume da cápsula sob a ação do meio externo. O desafio para o formulador é criar uma tecnologia de encapsulação que deve não apenas exibir boa retenção do perfume pré-aplicação, ela deve fazer isso sem afetar adversamente a habilidade da cápsula de liberar o perfume quando requerido na aplicação.

[00010] Produtos sem enxague (particularmente desodorantes e

antiperspirantes) apresentam desafios em particular para os formuladores de composições para perfume encapsulado. Os consumidores se comunicam intimamente com esses produtos a partir do momento da aplicação e por várias horas depois, até que a próxima oportunidade para tomar banho se apresente. Um problema particular surge com a liberação contínua do perfume. Isso pode irritar o consumidor e também levar à habituação. Conseqüentemente, particularmente em tais aplicações, as composições para perfume encapsulado não devem ser tão frágeis que as cápsulas se rompam e liberem o perfume no mais leve contato de fricção com a superfície da pele, cabelo ou tecido. Por outro lado, como o suor resulta da atividade física, as cápsulas devem se romper e liberar ondas de perfume em resposta às forças de fricção com a pele e/ou tecidos, consistentes com a atividade física vigorosa durante períodos de tempo prolongados. Uma liberação de perfume "sob demanda" pode fornecer uma sugestão olfativa para os consumidores, indicando a eficácia do produto, o que por sua vez inspira a confiança do consumidor no produto.

[00011] A tecnologia atual de encapsulação de perfume baseada em cápsulas de amido ou de gelatina, é incapaz de fornecer essa liberação sob demanda durante períodos de tempo prolongados que variam entre um período de pelo menos 6 horas até 10 horas ou mais e, apesar das cápsulas de poliureia representarem uma tecnologia promissora com relação a isso, até agora, as cápsulas de poliureia têm provado ser difíceis de produzir com as características de liberação corretas de uma maneira confiável.

[00012] Permanece a necessidade de fornecer composições para perfume encapsulado que compreendam cápsulas de poliureia, particularmente úteis em produtos de higiene pessoal sem enxague e, mais particularmente, em desodorantes e antiperspirantes.

[00013] Mais particularmente, permanece a necessidade de fornecer as ditas composições para perfume encapsulado, que sejam suficientemente estáveis ao longo do tempo em produtos de consumo, que contenham meios que são agressivos para as composições para perfume encapsulado, tais como meios que contêm altos níveis de sais e tensoativos.

[00014] Ainda adicionalmente, permanece a necessidade de fornecer as ditas composições para perfume encapsulado que possuam as características acima, que sejam ainda suficientemente frágeis tal que quando submetidas às forças mecânicas, consistentes com a fricção vigorosa contra a pele ou tecidos, liberem perfume com intensidade suficiente para fornecer uma percepção de frescor por um período de tempo de pelo menos 6 horas e até 10 horas depois da aplicação.

[00015] O requerente se voltou para os problemas da técnica anterior e das necessidades não atingidas e forneceu, em um primeiro aspecto, uma composição para perfume encapsulado particularmente para uso em produtos de higiene pessoal adaptados para serem aplicados e deixados sobre a pele ou cabelo de um indivíduo humano ou animal, a dita composição para perfume encapsulado compreendendo uma ou mais cápsulas de poliureia que possuem um diâmetro volumétrico médio da cápsula de 20 a 90 microns, mais particularmente 20 a 75 microns e, ainda mais particularmente 20 a 50 microns, ainda mais particularmente 30 a 50 microns.

[00016] Como usado aqui, o tamanho volumétrico médio da partícula é medido pelas medidas de dispersão da luz usando um instrumento Malvern 2000S e a teoria da dispersão de Mie. O princípio da teoria da dispersão de Mie e como a dispersão da luz pode ser usada para medir o tamanho da cápsula podem ser encontrados, por exemplo, em H. C. van de Hulst, Light scattering by small particles.

Dover, New York, 1981. A informação primária fornecida pela dispersão estática da luz é a dependência angular da intensidade da dispersão da luz, o que por sua vez está ligada ao tamanho e a forma das cápsulas. Entretanto, em um método operacional padronizado, o tamanho da esfera que possui um diâmetro equivalente ao tamanho do objeto de difração, qualquer que seja a forma desse objeto, é calculado pelo próprio programa de Malvern fornecido com o instrumento. No caso de amostras polidispersas, a dependência angular da intensidade total da dispersão contém a informação a cerca da distribuição de tamanho da amostra. A saída é um histograma que representa o volume total das cápsulas que pertencem a um dado tamanho como uma função do tamanho da cápsula, enquanto que um número arbitrário de 50 classes de tamanho é tipicamente escolhido.

[00017] Experimentalmente, algumas gotas de uma emulsão que contém cerca de 10% de cápsulas são adicionadas a um fluxo circulante de água desgaseificada que flui através de uma célula de dispersão. A distribuição angular da intensidade da dispersão é medida e analisada pelo próprio programa Malvern para fornecer o tamanho médio e a distribuição de tamanho das cápsulas presentes na amostra. No contexto da presente invenção, os percentis Dv 10, Dv 50 e Dv 90 são usados como características da distribuição de tamanho das cápsulas, enquanto que Dv 50 corresponde à média da distribuição.

[00018] Em uma modalidade particular da presente invenção, na composição do perfume encapsulado, o peso do envoltório das cápsulas de poliureia, expresso como um percentual do peso total das cápsulas (material do envoltório + material do núcleo) é de cerca de 15% a 40%, mais particularmente 10 a 25% em peso e ainda mais particularmente 12% a 20%.

[00019] Em uma modalidade particular da presente invenção, a

composição para perfume encapsulado é fornecida na forma de uma emulsão que compreende cápsulas de poliureia dispersas em um meio de dispersão aquoso.

[00020] O peso do envoltório é um parâmetro importante na determinação da estabilidade e do desempenho da composição para perfume encapsulado da presente invenção. Em particular, o peso do envoltório em relação ao diâmetro volumétrico médio das cápsulas determina as características de liberação da composição para perfume encapsulado. Mais particularmente, a estabilidade e o desempenho das cápsulas são ótimos se a proporção do peso do envoltório (expresso em % em peso do peso total da cápsula: material do envoltório + material do núcleo) para o diâmetro da cápsula (expresso em microns) é de cerca de $0,7 \text{ microns}^{-1}$ ou menos, ainda mais particularmente $0,6 \text{ microns}^{-1}$ ou menos e ainda mais particularmente $0,2 \text{ microns}^{-1}$ ou menos.

[00021] Levando em consideração a dificuldade de produção de cápsulas de poliureia com espessura do envoltório altamente uniforme, o requerente descobriu que o peso do envoltório é um parâmetro confiável para o controle no processo durante a formação da cápsula. Pela manipulação do peso do envoltório (pelo controle da quantidade de monômeros que formam o envoltório adicionado durante o processo de encapsulação) e do diâmetro da cápsula dentro dos parâmetros descritos acima, é possível produzir uma composição para perfume encapsulado que possua o perfil de liberação desejado para o propósito da invenção. Mais particularmente, o requerente descobriu que era possível obter cápsulas que fossem mecanicamente suficientemente robustas, tal que quando inativadas (isto é, quando não submetidas às forças de compressão ou cisalhamento) elas fornecessem muito pouca impressão do perfume, mas que liberassem o perfume em resposta à agitação mecânica vigorosa consistente com

a atividade física extenuante.

[00022] Isso permite que a composição para perfume encapsulado seja estavelmente incorporada em todas as formas de produtos de consumo, mas particularmente em produtos sem enxague, tais como desodorantes e antiperspirantes, mantendo a capacidade de ser rompida pelo contato por fricção entre a pele e a pele ou a roupa, quando em uso.

[00023] Em uma modalidade particular da presente invenção, a tensão de ruptura nominal das cápsulas de poliureia, expressa como MPa, está na faixa de cerca de 0,1 a 2 MPa, mais particularmente 0,2 a 1,5 MPa e ainda mais particularmente 0,4 a 1 MPa.

[00024] A tensão de ruptura nominal pode ser medida pela técnica de micromanipulação, que é conhecida. As cápsulas são diluídas em água destilada em estágio microscópico por cerca de 30 minutos em temperatura ambiente ($24 \pm 1^\circ\text{C}$). O princípio da técnica de micromanipulação é comprimir uma cápsula isolada entre duas superfícies paralelas. A cápsula isolada é comprimida e mantida, comprimida e liberada e comprimida até grandes deformações ou ruptura em uma velocidade predeterminada de 1 micrometro por segundo. Simultaneamente, a força sendo imposta sobre elas e a sua deformação podem ser determinadas. O técnico usa uma sonda fina posicionada perpendicularmente à superfície da amostra de cápsula. A sonda é conectada a um transdutor de força, que é montado sobre um micromanipulador tridimensional que pode ser programado para funcionar em uma dada velocidade. O processo completo é realizado em um microscópio invertido. A partir da curva da força versus o tempo de amostragem, o relacionamento entre a força e a deformação da cápsula até se romper e seu diâmetro inicial são obtidos. A técnica da micromanipulação é mais completamente explicada em Zhang, Z., Saunders, R. and Thomas, C. R., Micromanipulation measurements of

the bursting strength of single microcapsules, *Journal of Microencapsulation* 16(1), 117-124 (1999), cujo documento está incorporado aqui por referência. A força na ruptura da cápsula é expressa em unidades de força (Newtons), que são então convertidas para tensão de ruptura, expressa em unidades (Pascal), através da divisão da força de ruptura pela área transversal da cápsula. A ponta ou sonda, usada para a micro-manipulação deve ter aproximadamente o mesmo tamanho das cápsulas e tipicamente está entre 10 a 50 microns. Tipicamente, a força de ruptura é medida em cápsulas isoladas e repetida tipicamente sobre 50 cápsulas e o valor médio é usado para calcular a tensão de ruptura nominal de acordo com a presente invenção.

[00025] Os núcleos da cápsula da composição para perfume encapsulado contém um óleo perfumado. O óleo perfumado contém um ou mais ingredientes de perfume. Em termos gerais, o ingrediente para perfume pertencerá às classes químicas tão variadas quanto álcoois, cetonas, ésteres, éteres, acetatos, hidrocarbonetos de terpeno, compostos heterocíclicos nitrogenados ou sulfurosos e óleos essenciais, que podem ser naturais ou de origem sintética. Vários desses ingredientes de perfume estão listados, em qualquer caso, em textos de referência tais como o livro de S. Arctander, *Perfume and Flavor Chemicals*, 1969, Montclair, New Jersey, USA ou suas versões mais recentes ou em outros trabalhos de natureza similar, assim como na literatura de patente abundante na área da perfumaria.

[00026] Como é geralmente conhecido na técnica, a eficiência com a qual o perfume é encapsulada durante a formação da cápsula, assim como a redução de vazamento do perfume das cápsulas formadas, podem ser promovidas através do uso de grandes quantidades de ingredientes para perfume que possuem um $C \log P$ relativamente alto. Tipicamente, a fim de obter uma boa

eficiência de encapsulação e pouco vazamento, é convencional usar pelo menos cerca de 50%, mais particularmente mais do que cerca de 60% e ainda mais particularmente mais do que 70% e mais particularmente ainda mais do que 80% em peso de ingredientes de perfume que possuem $C \log P$ de cerca de 2,5 ou maior, e mais particularmente 3,3 ou maior e ainda mais particularmente 4,0 ou maior. O uso de ingredientes de perfume é geralmente considerado como útil na redução da difusão de perfume através do envoltório da cápsula e na base do produto sob condições específicas de tempo, temperatura e concentração.

[00027] Os valores de $C \log P$ de ingredientes de perfume têm sido relatados em vários bancos de dados, incluindo o banco de dados Pomona 92, disponibilizado por Daylight Chemical Information Systems, Inc., Daylight CIS, Irvine, California.

[00028] É comum usar solventes em mistura com ingredientes de perfume. Materiais solventes são materiais hidrofóbicos que são miscíveis em ingredientes de perfume e que possuem pouco ou nenhum impacto sobre a qualidade do perfume nas quantidades empregadas. Os solventes comumente empregados possuem altos valores de $C \log P$, por exemplo, maiores do que 6 e até maiores do que 10. Solventes incluem óleo de triglicerídeo, mono- e diglicerídeos, óleo mineral, óleo de silicone, ftalato de dietila, polialfaolefinas, óleo de rícino e miristato de isopropila.

[00029] US2011071064 está relacionada com cápsulas de poliureia para uso em aplicações de higiene pessoal. Está particularmente relacionada com meios de manipulação das propriedades do envoltório das cápsulas, a fim de manipular a taxa na qual elas liberam o perfume. Está previsto nela que um solvente deve ser empregado no núcleo em uma quantidade maior do que 10%, mais particularmente maior do que 30% e ainda mais

particularmente maior do que 70% em peso.

[00030] Em contraste com esse achado, o requerente descobriu surpreendentemente que é possível não empregar substancialmente um material solvente no material do núcleo da cápsula de poliureia da presente invenção. De fato, o requerente descobriu que é possível preparar composições para perfume encapsulado em que os núcleos encapsulados são compostos inteiramente de ingredientes de perfume e sem solventes.

[00031] Composições para perfume encapsulado sem solvente podem ser empregadas, em particular, quando os ingredientes de perfume que compõem o material do núcleo possuem solubilidade limitada na água. Em particular, o material do núcleo deve ser formado com uma grande proporção de ingredientes de perfume que possuem uma solubilidade na água de 15.000 ppm ou menos, mais particularmente 5000 ppm ou menos, ainda mais particularmente 3000 ppm ou menos. Mais particularmente, pelo menos 60%, mais particularmente pelo menos 70% e ainda mais particularmente pelo menos 80% e ainda mais particularmente mais do que 90% dos ingredientes de perfume devem ter solubilidade de na água de 15.000 ppm ou menos, mais particularmente 5000 ppm ou menos, ainda mais particularmente 3000 ppm ou menos.

[00032] Evitar o uso do solvente nos núcleos da cápsula é geralmente vantajoso em termos de custo e impacto sobre o ambiente. Mas, mais particularmente, em relação aos produtos sem enxague, se for capaz de preparar cápsulas com alto carregamento de perfume evitando o uso de solventes, pode-se preparar composições para perfume encapsulado com níveis menores de cápsulas. Naturalmente, quanto menor a concentração de cápsulas empregadas, menor a probabilidade de haver resíduo depositado sobre vestimentas que entram em íntimo contato com a pele tratada.

[00033] A concentração de cápsulas empregadas em uma emulsão, necessária para obter o efeito de perfumaria desejado, dependerá, em alguma extensão, de quão eficientemente o perfume pode ser encapsulado e, por sua vez, isso será influenciado pela quantidade de material do envoltório empregado em relação à quantidade de material do núcleo.

[00034] Em uma modalidade particular da presente invenção, o carregamento da cápsula (material encapsulado + material do envoltório) na emulsão está na faixa de cerca de 5% a 75%, mais particularmente 25% a 50% e ainda mais particularmente 30% a 40% em peso, com base no peso da emulsão.

[00035] Adicionalmente, a quantidade total de ingredientes de perfume expressa como um percentual em peso com base no peso da emulsão está na faixa de cerca de 10% a 50%, mais particularmente 20% a 40% e ainda mais particularmente 25 a 35% em peso.

[00036] Adicionalmente ainda, esses altos carregamentos de ingredientes de perfume podem ser encapsulados apesar do peso relativamente baixo do envoltório. De fato, em outro aspecto da presente invenção, a quantidade do conteúdo do núcleo expressa como percentual em peso com base no peso total das cápsulas, pode variar entre cerca de 60% a 95% em peso, mais particularmente 75% a 89% e ainda mais particularmente 80% a 88% em peso.

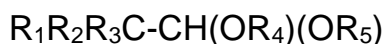
[00037] A proporção em peso do núcleo-envoltório pode ser obtida pela pesagem de uma quantidade de cápsulas que tenham sido previamente lavadas com água e separadas pela filtração. O núcleo é então extraído pelas técnicas de extração de solvente para dar o peso do núcleo. O peso do envoltório é obtido a partir do equilíbrio da massa simples levando em consideração a quantidade inicial de materiais encapsulados em % do peso.

[00038] Como determinado acima, a composição para perfume

encapsulado da presente invenção pode ser empregada para encapsular quaisquer ingredientes de perfume. Entretanto, podem existir dificuldades associadas com a encapsulação de ingredientes de perfume que possuem a funcionalidade aldeído. Mais especificamente, é sabido que ingredientes para perfume que contêm a funcionalidade aldeído reagem com a funcionalidade amina dos monômeros usados na formação da parede da cápsula. Isso pode resultar na falha completa para encapsular ingredientes para perfumes que contenham aldeído ou, se as cápsulas são formadas, o carregamento de perfume é baixo e as cápsulas são suscetíveis à agregação. A baixa retenção de um óleo perfumado é cara, enquanto que o fenômeno da agregação é, pelo menos, esteticamente indesejado e na pior das hipóteses pode levar a problemas de fabricação e baixo desempenho da cápsula e, dessa forma, deve ser preferivelmente evitado o máximo possível.

[00039] WO2011/161265 propôs uma solução para esse problema, que consistiu em utilizar ingredientes para perfume que contenham aldeído na forma de precursores de aldeído, nos quais a funcionalidade aldeído é protegida e, portanto, incapaz de reagir com monômeros de amina durante a formação da cápsula. Embora essa seja uma solução interessante para o problema, há um custo adicional e uma complexidade associada com a preparação de precursores de ingredientes para perfume com aldeído.

[00040] Em uma modalidade particular da presente invenção, quando a composição para perfume encapsulado é empregada para encapsular ingredientes para perfume que contêm aldeído, em adição aos ditos ingredientes para perfume que contêm aldeído, o perfume encapsulado deve conter um ingrediente para perfume cíclico não aromático e um salicilato de alquila e/ou um acetal 2,2,2-trissubstituído, em que o dito acetal tem a fórmula geral:



em que R_1 é um resíduo alquila ou aromático saturado ou insaturado que possui pelo menos 4 átomos de carbono, mais preferivelmente pelo menos 5 átomos de carbono e o mais preferivelmente pelo menos 6 átomos de carbono, mas não mais do que 10 átomos de carbono; R_2 e R_3 são selecionados independentemente entre um resíduo alquila saturado ou insaturado que possui pelo menos 1 átomo de carbono; e R_4 e R_5 são selecionados independentemente entre um grupo metila e/ou um grupo etila.

[00041] Em uma modalidade mais particular da invenção, em adição a um ingrediente para perfume que contém aldeído. o perfume encapsulado compreende um ingrediente para perfume cíclico não aromático e um salicilato de alquila.

[00042] Em uma modalidade mais particular da invenção, o perfume encapsulado compreende um ingrediente para perfume cíclico não aromático e um salicilato de alquila e um acetal 2,2,2-tri-substituído, como definido aqui acima.

[00043] A expressão "ingrediente cíclico para perfume" como usada aqui se refere a uma molécula útil como um ingrediente para perfume, que contém dentro de sua estrutura química, uma série de átomos que formam um anel fechado. Esse anel pode ser aromático ou alifático. Ele pode ser mono ou policíclico e ele pode conter heteroátomos. O anel pode abrigar substituintes ou ele pode ser não substituído.

[00044] O ingrediente para perfume baseado em aldeído pode ser qualquer aldeído útil na perfumaria ou como um flavorizante. A pessoa versada na técnica da perfumaria tem à sua disposição uma palheta de ingredientes que contêm a funcionalidade aldeído e esses ingredientes são contemplados na presente invenção como representando ingredientes de aldeído para perfume. O aldeído pode

ser um aldeído alifático, um aldeído cicloalifático e um aldeído de terpeno acíclico, um aldeído de terpeno cíclico ou um aldeído aromático.

[00045] Mais particularmente, os aldeídos incluem, mas não são limitados ao seguinte grupo de aldeídos, em que os números de CAS são fornecidos entre parênteses. Aqui, onde os nomes triviais ou não sistemáticos são empregados para ingredientes de fragrância, a pessoa versada na técnica compreenderá que esses nomes e o número de CAS são pretendidos também incluir os sinônimos baseados em sistemas de nomenclatura mais formais tais como IUPAC:

[00046] DECANAL (112-31-2), 2-METIL DECANAL (ALDEÍDO C-11 (19009-56-4), 10-UNDECEN-1-AL (112-45-8), UNDECANAL (112-44-7), DODECANAL (112-54-9), 2-METIL UNDECANAL (110-41-8), HEPTANAL (111-71-7), OCTANAL (124-13-0), HEXANAL VERDE (5435-64-3), NONANAL (124-19-6), MISTURA DE UNDECENAL (1337-83-3), (Z)-4-DECENAL (21662-09-9), (E)-4-DECENAL (65405-70-1), 9-DECENAL (39770-05-3), ALDEÍDO ISOVALERIANICO (590-86-3), ALDEÍDO AMIL CINÂMICO (122-40-7), ALDEÍDO METIL CINAMICO (101-39-3), METIL FENIL HEXENAL(21834-92-4), ALDEÍDO FENIL PROPIÔNICO(104-53-0), PARA TOLIL ALDEÍDO (104-87-0), PARA ANISALDEÍDO (123-11-5), BENZALDEÍDO (100-52-7), CICLAL C (68039-49-6), TRICICLAL (68039-49-6), CICLOMIRAL (68738-94-3), ISOCICLOCITRAL (1335-66-6), MACEAL (68259-31-4), SAFRANAL (116-26-7), HELIOTROPINA (120-57-0), ALDEÍDO HEXIL CINÂMICO (101-86-0), BOURGEONAL (18127-01-0), ALDEÍDO CINÂMICO (104-55-2), ALDEÍDO CUMÍNICO (122-03-2), ALDEÍDO CICLAMEN (103-95-7), CICLO-HEXAL (31906-04-4), FENALDEÍDO (5462-06-6), FLORALOZONA (67634-15-5), FLORHIDRAL (125109-85-5),

ALDEÍDO HIDRATRÒPICO (93-53-8), LILIAL (80-54-6), MEFRANAL (55066-49-4), MIRALDENE (37677-14-8), SILVIAL (6658-48-6), TRIFERNAL (16251-77-7), 2-TRIDECENAL (7774-82-5), DUPICAL (30168-23-1), ESCENTENAL(86803-90-9), PRECICLEMONE B (52475-86-2), VERNALDEÍDO (66327-54-6), HEXANAL (66-25-1), ADOXAL (141-13-9), CALIPSONE (929253-05-4), CETONAL (65405-84-7), CITRAL (5392-40-5), CITRONELAL (106-23-0), CITRONELIL OXIACETALDEÍDO (7492-67-3), DIHIDRO FARNESAL (32480-08-3), HIDROXICITRONELAL (107-75-5), MELONAL (106-72-9), METOXIMELONAL (62439-41-2), NONADIENAL (557-48-2), ONCIDAL (54082-68-7), PINOACETALDEÍDO (33885-51-7), TETRAHIDRO CITRAL (5988-91-0), TROPIONAL (1205-17-0), ETIL VANILINA (121-32-4), VANILINA (121-33-5).

[00047] Quando ingredientes para perfume são designados em categorias, um ingrediente para perfume que contenha a funcionalidade aldeído e um anel é considerado ser um ingrediente para perfume baseado em aldeído para o propósito da presente invenção e não um ingrediente para perfume cíclico.

[00048] A extensão ou a severidade de qualquer fenômeno de agregação observado depende de vários fatores, incluindo a reatividade do ingrediente para perfume baseado em aldeído em relação aos monômeros (por exemplo, monômeros de amina) usados na formação dos envoltórios das cápsulas, assim como a solubilidade do ingrediente para perfume de aldeído em meio aquoso. Como o processo que forma o envoltório da cápsula é um processo interfacial e as aminas usadas estão substancialmente contidas na fase aquosa, a extensão na qual o ingrediente para perfume a base de aldeído será fracionado na fase aquosa, podendo também afetar sua reatividade frente à amina.

[00049] Em uma modalidade particular da presente invenção, a composição para perfume encapsulado contém até cerca de 6% em

peso de ingredientes para perfume baseados em aldeído com base no peso total do perfume encapsulado. Mais particularmente, a composição para perfume encapsulado contém ingredientes para perfume a base de aldeído dentro da faixa de 0,01% a 6% em peso, mais particularmente ainda 0,01% a 5,5%, ainda mais particularmente 0,01 a 5%, ainda mais particularmente 0,01 a 4,5%, ainda mais particularmente 0,01 a 4%, ainda mais particularmente 0,01 a 3,5%, ainda mais particularmente 0,01 a 3%, ainda mais particularmente 0,01 a 2%, ainda mais particularmente 0,01 a 1% em peso.

[00050] Ingredientes para perfume cíclico não aromático incluem, mas não são limitados a ésteres cíclicos, cetonas, cetais e álcoois. Ingredientes para perfume cíclicos não aromáticos particularmente úteis na presente invenção são os ésteres cíclicos. Exemplos de ésteres cíclicos incluem:

[00051] TERPENOS DE ÓLEO DE CRAVO ACETILADO (68425-19-4), AGRUMEX (88-41-5), ALIL CICLO-HEXIL PROPIONATO (2705-87-5), NÚCLEO DE ÂMBAR (139504-68-0), AMBREINE (8016-26-0), AMBREINOL (73138-66-6), AMBRETTOLIDE (28645-51-4), AMBRINOL (41199-19-3), AMBROFIX (6790-58-5), AFERMATE (25225-08-5), AZARBRE (68845-36-3), BICICLO NONALACTONA (4430-31-3), BOISIRIS (68845-00-1), BORNEOL (507-70-0), ACETATO DE BORNILA LIQUIDO (125-12-2), PARA BUTIL CICLO-HEXANOL (98-52-2), ACETATO DE PARA BUTIL CICLO-HEXILA (32210-23-4), CAMONAL (166301-22-0), CANFORA SINTÉTICA (76-22-2), LAEVO CARVONE (6485-40-1), CASHMERAN (33704-61-9), CEDRENE (11028-42-5), CEDRENOL (28231-03-0), CEDROL (77-53-2), WOODY EPOXIDE (71735-79-0), CEDRIL ACETATE CRISTALS (77-54-3), ÉTER CEDRIL METÁLICO (19870-74-7), CELERY CETONA (3720-16-9), CETALOX (3738-00-9), CIVETTONE (542-46-1), CONIFERAN (67874-72-0), CORANOL

(83926-73-2), COSMONE (259854-70-1), CICLOGALBANATO (68901-15-5), ACETATO DE CICLO-HEXIL ETILA(21722-83-8), CIPRISATO (23250-42-2), DAMASCENONA (23696-85-7), ALFA DAMASCONA (24720-09-0), BETA DAMASCONA (23726-92-3), DELTA DAMASCONA (57378-68-4), DELTA DECALACTONA (705-86-2), GAMA DECALACTONA (706-14-9), DECATONE (34131-98-1), DIHIDRO AMBRATO (37172-02-4), BETA DIHIDRO IONONA (17283-81-7), DIHIDRO JASMONA (1128-08-1), DELTA DODECALACTONA (713-95-1), DODECALACTONA GAMA (2305-05-7), DUPICAL (30168-23-1), ETIL SAFRANATO (35044-59-8), BRASSILATO DE ETILENO (105-95-3), EUCALIPTOL (470-82-6), ALFA FENCHONA (7787-20-4), ACETATO DE FENCHIL (13851-11-1), ALCOOL FENCHILICO (1632-73-1), FLOROCICLENO (68912-13-0), FLOROSA (63500-71-0), FLORYMOSS (681433-04-5), FOLENOX (26619-69-2), FOLROSIA (4621-04-9), FRESKOMENTHE (14765-30-1), FRUITATE (80623-07-0), GALBANONE PURE (56973-85-4), GARDOCICLENE (67634-20-2), GEORGIWOOD (185429-83-8), GIVESCONE (57934-97-1), GLICOLIERRAL (68901-32-6), GRISALVA (68611-23-4), GIRANE (24237-00-1), HABANOLIDE (111879-80-2), HEDIONE (24851-98-7), HEPTALACTONE GAMMA (105-21-5), HERBANATO (116126-82-0), HERBAVERT (67583-77-1), HERBOXANE (54546-26-8), BETA IONONA (8013-90-9), IRISANTHEME (1335-46-2), ALFA IRISONA (8013-90-9), ALFA IRONA (79-69-6), IRONA F (54992-91-5), ISO E SUPER (54464-57-2), ISOJASMONA B 11 (95-41-0), ISOLONGIFOLANONA (23787-90-8), ISOMENTONA DL (491-07-6), ISOPULEGOL (89-79-2), ISORALDEINE 40, 70 E 90 (1335-46-2), JASMACICLENE (5413-60-5), JASMATONA (13074-65-2), JASMOLACTONA (32764-98-0), CIS JASMONA (488-10-8), JASMONIL (18871-14-2), KARANAL (117933-89-8), KEPHALIS (36306-87-3),

LAITONA (4625-90-5), LIGANTRAAL (68738-99-8), MAIOL (13828-37-0), MENTONA (89-80-5), METAMBRATE (72183-75-6), METIL CEDRIL CETONA (32388-55-9), GAMA METIL DECALACTONA (7011-83-8), METIL DIHIDRO ISOJASMONATO (37172-53-5), METIL EPI JASMONATO (39924-52-2), METIL TUBERATO (33673-62-0), MUSCENONA (82356-51-2), MUSCONE (541-91-3), DODECANOATO DE ETILA (54982-83-1), MUSK LACTONA (3391-83-1), ACETATO DE MIRALDIL (72403-67-9), NECTARIL (95962-14-4), NIMBEROL (70788-30-6), NIRVANOLIDE (329925-33-9), NOOTKATONE (4674-50-4), ACETATO DE NOPIL (128-51-8), DELTA OCTALACTONA (698-76-0), GAMA OCTALACTONA (104-50-7), OKOUMAL (131812-67-4), OPALAL (62406-73-9), ORIVONE (16587-71-6), FORMATO DE OXIOCTALINA (65405-72-3), PIVACICLENO (68039-44-1), PLICATONE (41724-19-0), POIRENATO (2511-00-4), QUINTONE (4819-67-4), RHUBOFIX (41816-03-9), RHUBOFLOR (93939-86-7), ÓXIDO ROSA CO (16409-43-1), ÓXIDO ROSA LAEVO (3033-23-6), ROSSITOL (215231-33-7), SAFRALEINE (54440-17-4), SANDELA (66068-84-6), ESPIRAMBRENO (121251-67-0), ESPIROGALBANONA (224031-70-3), SUPERFIX (3910-35-8), THIBETOLIDE (106-02-5), TIMBEROL (70788-30-6), TRIMOFIX O (144020-22-4), DELTA UNDECALACTONA (710-04-3), GAMA VALEROLACTONA (108-29-2), VELOUTONE (65443-14-3), VELVIONE (37609-25-9), VERDALIA (27135-90-6), VERDOL (13491-79-7), VERTOFIX COEUR (32388-55-9), ACETATO DE VETIKOL (68083-58-9), ACETATO DE VETIVERIL (68917-34-0), VETINAL (57082-24-3).

[00052] Salicilatos de alquila úteis incluem SALICILATO DE AMILA (2050-08-0), SALICILATO DE ETILA (118-61-6), SALICILATO DE HEXENIL-3-CIS (65405-77-8), SALICILATO DE HEXILA (6259-76-3), SALICILATO DE ISOBUTILA (87-19-4), SALICILATO DE ISOBUTILA

(87-19-4), KARMAFLOR (873888-84-7), SALICILATO DE METILA (119-36-8).

[00053] Acetais 2,2,2-substituídos incluem METIL PAMPLEMOUSSE (67674-46-8), AMAROCIT B (72727-59-4), NEROLIACETAL (99509-41-8).

[00054] Os ingredientes para perfume não aromáticos cíclicos e salicilatos de alquila, independentemente um do outro podem estar presentes em quantidades de cerca de 10% ou mais em peso com base no peso total do perfume encapsulado, mais particularmente 15% ou mais, mais particularmente 20% ou mais, mais particularmente 25% ou mais, ainda mais particularmente 30% ou mais, mais particularmente 33% ou mais, por exemplo, 20 a 99,99% ou 25 a 99,99%, ou 25 a 99,99% ou 30 a 99,99% ou 33 a 99,99%.

[00055] Em uma modalidade particular da presente invenção, os ingredientes para perfume a base de aldeído estão presentes em uma quantidade de cerca de 1% a 6% em peso, mais particularmente 2% a 5,5% em peso, ainda mais particularmente 3% a 5% em peso; e os ingredientes para perfume cíclicos não aromáticos e/ou salicilatos de alquila estão presentes, independentemente, em quantidades de mais do que 30% em peso, ainda mais particularmente mais do que 33% em peso.

[00056] Em outra modalidade particular da presente invenção, os ingredientes para perfume a base de aldeído estão presentes em uma quantidade de cerca de 1% a 6% em peso, mais particularmente 2% a 5,5% em peso, ainda mais particularmente 3% a 5% em peso; e os ingredientes para perfume cíclicos não aromáticos e/ou salicilatos de alquila estão presentes, independentemente, em quantidades entre 10% e 33% em peso.

[00057] Em outra modalidade particular da presente invenção, os ingredientes para perfume a base de aldeído estão presentes em uma

quantidade de cerca de 1% a 6% em peso, mais particularmente 2% a 5,5% em peso, ainda mais particularmente 3% a 5% em peso; os ingredientes para perfume cíclicos não aromáticos e/ou salicilatos de alquila estão presentes, independentemente, em quantidades entre 10% e 33% em peso e os acetais 2,2,2-substituídos estão presentes em quantidade de mais do que 25% em peso, mais particularmente mais do que 30% em peso, ainda mais particularmente mais do que 33% em peso.

[00058] A composição para perfume encapsulada de acordo com a presente pode ser preparada por qualquer método conhecido na técnica para a produção de cápsulas pela poliadição interfacial de uma amina com um isocianato.

[00059] Métodos de preparação representativos estão descritos no WO 2011/161229 e WO 2011/160733. De acordo com o WO 2011/161229 ou WO 2011/160733, as microcápsulas de poliureia são preparadas na presença de polivinilpirrolidona (PVP) como coloide protetor.

[00060] WO2012/107323 descreve microcápsulas de poliureia que possuem um envoltório de poliureia que compreende o produto de reação de um poli-isocianato com guanazol e um aminoácido na presença de estabilizadores aniônicos ou tensoativos como álcool polivinílico aniônico, tal como Mowiol® KL-506 vendido por Kuraray.

[00061] EP-B-0 537 467 descreve microcápsulas preparadas a partir de isocianatos que contêm grupos de polietilenóxido, na presença de estabilizadores como álcool polivinílico, por exemplo, acetato de polivinila parcialmente ou totalmente saponificado.

[00062] WO 2007/096592 descreveu um processo de microencapsulação no qual uma fase oleosa é emulsionada em uma fase aquosa contínua, geralmente estabilizada por um sistema de tensoativo como álcoois polivinílicos ou seus derivados carboxilados

ou sulfatados.

[00063] Em um método preparatório típico, uma composição para perfume encapsulado pode ser preparada de acordo com um procedimento no qual uma fase aquosa é preparada contendo um tensoativo e/ou um colóide protetor tais como aqueles descritos abaixo. A fase aquosa é agitada vigorosamente por um período de tempo de apenas alguns segundos até alguns minutos. Um perfume hidrofóbico pode então ser adicionado à fase aquosa. A fase hidrofóbica conterá o perfume a ser encapsulado e um isocianato. A fase hidrofóbica também pode incluir solventes adequados, embora, em um aspecto preferido da presente invenção, nenhum solvente é empregado. Depois de um período de agitação vigorosa, é obtida uma emulsão, na qual a fase hidrofóbica está dispersa como gotículas minúsculas na fase aquosa contínua. A taxa de agitação pode ser ajustada para influenciar o tamanho das gotículas da fase hidrofóbica na fase aquosa.

[00064] Uma solução aquosa que contém a amina é então adicionada para iniciar a reação de poliadição. A quantidade de amina que é introduzida é geralmente em excesso, em relação à quantidade estequiométrica necessária para converter os grupos isocianato livres.

[00065] A reação de poliadição ocorre geralmente em uma temperatura que varia entre aproximadamente 0 a 100 graus centígrados, por um período de tempo que varia entre alguns minutos a várias horas.

[00066] As condições para criar cápsulas pela poliadição interfacial são bem conhecidas na técnica e nenhuma elaboração adicional dessas condições, que estão dentro do alcance da pessoa versada na técnica, é necessária aqui. Uma descrição específica que se relaciona com a preparação das cápsulas é fornecida nos exemplos abaixo.

[00067] Aminas úteis na formação de cápsulas incluem aqueles

compostos que contêm um ou mais grupos amina primária ou secundária, que podem reagir com os isocianatos para formar a poliureia. Quando a amina contém apenas um grupo amino, o composto conterá um ou mais grupos funcionais adicionais que poderão formar uma rede através de uma reação de polimerização.

[00068] Exemplos de aminas adequadas incluem 1,2-etilenodiamina, 1,3-diaminopropano, 1,4-diaminobutano, 1,6-diaminohexano, hidrazina, 1,4-diaminociclo-hexano e 1,3-diamino-1-metilpropano, dietilenotriamina, trietilenotetramina e bis(2-metilaminoetil) metilamina.

[00069] Outras aminas úteis incluem polietilenoaminas $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_n$ tais como etilenoamina, dietilenoamina, etileno diamina, trietilenotetramina, tetraetilenopentamina; polivinilamina $(\text{CH}_2\text{CHNH}_2)_n$ vendida pela BASF (diferentes graus de Lupamine); poli etilenoimina $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N})_x-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH})_y-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_z$ vendida pela BASF como graus de Lupasol™; poly eteramina (Jeffamine de Huntsman); guanidina, sal de guanidina, melamina, hidrazina e ureia.

[00070] Uma amina particularmente preferida é uma polietilenoimina (PEI), mais particularmente uma PEI da faixa de Lupasol™ fornecida pela Basf, ainda mais particularmente Lupasol™ PR8515.

[00071] Isocianatos úteis na formação de microcápsulas de ureia incluem isocianatos di- e trifuncionalizados tais como 1,6-di-isocianatohexano, 1,5-di-isocianato-2-metilpentano, 1,5-di-isocianato-3-metilpentano, 1,4-di-isocianato-2,3-dimetilbutano, 2-etil-1,4-di-isocianatobutano, 1,5-di-isocianatopentano, 1,4-di-isocianatobutano, 1,3-di-isocianatopropano, 1,10-di-isocianatodecano, 1,2-di-isocianatociclobutano, bis(4-isocianatociclo-hexil)metano ou 3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-1-isocianatociclo-hexano.

[00072] Outros isocianatos úteis incluem também os oligômeros

baseados nesses monômeros de isocianato, tais como homopolímero de 1,6-di-isocianato-hexano. Todos esses monômeros ou oligômeros são vendidos sob o nome comercial de Desmodur pela Bayer. Também estão incluídos os isocianatos modificados e, em particular, o isocianato que pode ser disperso em água tal como o Poliisocianato Alifático Hidrofílico baseado no Di-isocianato de Hexametileno (vendido sob o nome de BAYHYDUR™).

[00073] As classes de coloide protetor ou emulsificante, que podem ser empregados incluem copolímeros maleico-vinil tais como os copolímeros de éteres vinílicos com anidrido ou ácido maleico, lignosulfonatos de sódio, copolímeros de anidrido maleico/estireno, copolímeros de etileno/ anidrido maleico e copolímeros de óxido de propileno, etilenodiamina e óxido de etileno, polivinilpirrolidona, álcoois polivinílicos, ésteres de ácido graxo de sorbitol polioxietilenado e dodecilsulfato de sódio.

[00074] Coloides protetores em particular incluem copolímeros de álcool polivinílico que possuem um grau de hidrólise na faixa de 85 a 99,9%. Como usada aqui, a expressão "copolímero de álcool polivinílico" significa um polímero de álcool vinílico/acetato de vinila com comonômero.

[00075] É sabido que o álcool polivinílico é produzido pela hidrólise (deacetilação) de acetato de polivinila, através do que os grupos éster do acetato de polivinila são hidrolisados em grupos hidroxila, formando assim o álcool polivinílico.

[00076] O grau de hidrólise reflete o percentual de grupos que são convertidos pela hidrólise. A expressão "álcool polivinílico" qualificado pelo grau de hidrólise significa, portanto, um polímero de vinila que contém ambos os grupos éster e hidroxila.

[00077] Em uma modalidade particular da invenção, os copolímeros de álcool polivinílico com um grau de hidrólise na faixa de 85 a 99,9%,

mais particularmente 85 a 95% podem ser usados como coloides protetores.

[00078] O grau de hidrólise pode ser determinado pelas técnicas conhecidas, por exemplo, de acordo com a DIN 53401.

[00079] Os copolímeros de álcool polivinílico contêm comonômero de adição, ou seja, comonômero que são polimerizados com um éster vinílico em uma primeira etapa, seguido pela hidrólise dos grupos éster para formar o copolímero de álcool polivinílico em uma segunda etapa. Os copolímeros podem ser formados pela polimerização radical de acetato de vinila e comonômero de uma maneira conhecida per se.

[00080] Os copolímeros de álcool polivinílico podem conter hidrocarbonetos insaturados como comonômero. Esses hidrocarbonetos podem ser modificados com grupos funcionais carregados ou não carregados. Comonômero particulares incluem, mas não são limitados a:

- hidrocarbonetos insaturados com 2 ou 3 átomos de carbono e nenhum grupo funcional, por exemplo, etileno;

- hidrocarbonetos insaturados com 2 a 3 átomos de carbono e grupos funcionais não carregados, tais como grupos hidroxila, por exemplo, buten-1,4-diol;

- hidrocarbonetos insaturados que possuem grupos aniônicos, tais como grupos carboxila e/ou ácido sulfônico;

- hidrocarbonetos insaturados que possuem grupos catiônicos, tais como grupos de amônia quaternária.

[00081] Copolímeros particulares de álcool polivinílico incluem aqueles que possuem um grau de hidrólise de 85 a 99,9% e mais particularmente 85 a 95% e que contêm:

- 0,1 a 30% em mol de comonômero que contêm grupos aniônicos como mencionados acima; ou

- 0,1 a 30% em mol de comonômero que contêm grupos

catiônicos como mencionados acima; ou

– 0,1 a 30% em mol de comonômero com hidrocarbonetos insaturados que possuem 2 a 6 átomos de carbono e grupos funcionais não carregados, especialmente dois grupos hidroxila, em que % em mol é baseado na mistura de polimerização de acetato de vinila/comonômero.

[00082] Copolímeros de álcool polivinílico e comonômero adequados que possuem a estrutura 1,2 diol estão descritos nas EP 2 426 172 e EP 2 648 211, que estão incorporadas aqui por referência.

[00083] Os seguintes coloides protetores são particularmente úteis na preparação de composições de cápsula de poliureia da presente invenção:

– Copolímeros aniônicos de álcool polivinílico com um grau de hidrólise maior do que 80%, preferivelmente 85% a 99,5% e uma viscosidade de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por exemplo, polímero K KL-318 de Kurary (viscosidade 20-30 mPas, hidrólise de 85,0 a 90,0%); Gohsenal T-350 de Nippon Gohsei (viscosidade 27-33 mPas, hidrólise de 93,0 a 95,0%); Gohseran L-3266 da Nippon Gohsei (viscosidade 2,3 a 2,7 mPas, hidrólise de 86,5 a 89,0%);

– Copolímeros não carregados de álcool polivinílico com um grau de hidrólise maior do que 80%, preferivelmente 85% a 99,5% e uma viscosidade de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por exemplo, polímero G OKS-8041 da Nippon Gohsei (viscosidade 2,8 a 3,3 mPas, hidrólise de 88 a 90%), polímero G AZF-8035 da Nippon Gohsei (viscosidade 2,8 a 3,3 mPas, hidrólise de 98,5 a 99,5%); e

– Copolímeros catiônicos de álcool polivinílico com um grau de hidrólise maior do que 80%, preferivelmente 85% a 99,5% e uma viscosidade de 2 mPas a 70 mPas (DP 100-6000), por exemplo, Gohsefimer K-210 da Nippon Gohsei (viscosidade 18,0 a 22,0 mPas,

hidrólise de 85,5 a 88,0%).

[00084] O coloide protetor pode ou não ser um constituinte do envoltório da cápsula. De modo geral, a quantidade total de coloide protetor expressa como um percentual em peso com base no peso da emulsão está na faixa de cerca de 0,1 a 20%, mais particularmente 1% a 10% e ainda mais particularmente 1,5% a 5% em peso.

[00085] Combinações de dois ou mais coloides diferentes também podem ser empregadas na presente invenção.

[00086] Se a composição para perfume encapsulado é pretendida ser armazenada como uma emulsão ou incorporada posteriormente em um produto de consumo como uma emulsão, o pH da emulsão é ajustado para um nível de cerca de 5 a 10. Isso pode ser obtido com a adição de um ácido adequado para uma emulsão alcalina, tal como ácido cítrico ou ácido fórmico e um conservante adicionado.

[00087] As composições para perfume encapsulado da presente invenção podem ser preparadas na forma de uma emulsão aquosa. Entretanto, um problema que pode surgir com a produção de emulsões é que as cápsulas que contêm o perfume podem ter a fase separada a partir do meio de dispersão aquosa e espumar, sedimentar ou coagular. A fim de dispersar apropriadamente e suspender as cápsulas dentro de um meio de dispersão aquoso, estavelmente ao longo do tempo, auxiliares de dispersão são comumente empregados nas emulsões.

[00088] Uma grande variedade de auxiliares da dispersão é conhecida na técnica e inclui polissacarídeos, pectina, alginato, arabinogalactana, carragena, goma Gelana, goma xantana, goma guar, polímeros de acrilatos/acrílico, amidos, argilas expansíveis em água, copolímeros de acrilato/aminoacrilato e suas misturas; maltodextrina; gomas naturais tais com ésteres de alginato; gelatina; hidrolisados de proteína e suas formas quaternizadas; polímeros e

copolímeros sintéticos, tais como poli(vinil pirrolidona-co-acetato de vinil), poli(álcool vinílico-co-acetato de vinil), poli(ácido maleico), poli(alquilenóxido), poli(vinilmetiléter), poli(viniléter-co-anidrido maleico) e semelhantes, assim como poli-(etilenoimina), poli((met)acrilamida), poli(alquilenóxido-co-dimetilsiloxano), poli(amino dimetilsiloxano) e semelhantes.

[00089] Apesar da variedade de agentes de dispersão que estão disponíveis para uso, a seleção do auxiliar apropriado dependerá de vários fatores, incluindo a química do envoltório da cápsula, sua morfologia, seu tamanho e densidade, assim como a composição do meio de dispersão aquoso, tal como seu pH e conteúdo de eletrólito, que serão determinados em uma certa extensão pelas condições do processo de encapsulação.

[00090] De fato, o requerente achou difícil preparar emulsões que contêm cápsulas de poliureia de uma maneira confiavelmente reprodutível. A separação de fase assim como a viscosidade da emulsão foram difíceis de controlar. Quando a viscosidade da emulsão é muito alta, forças de cisalhamento elevadas são necessárias para processar a emulsão e podem danificar as cápsulas. Além disso, emulsões viscosas podem ser difíceis de manusear e podem levar a problemas na mistura quando da incorporação das composições para perfume encapsulado em bases de produtos de consumo.

[00091] O requerente descobriu agora, durante o decorrer da pesquisa que levou à presente invenção, que pelo emprego de hidroxietilcelulose como auxiliar da dispersão, foi possível formar de uma maneira direta, uma composição para perfume encapsulado como uma emulsão, na qual as cápsulas de poliureia estavam estavelmente dispersas e que possuía uma viscosidade aceitável.

[00092] Portanto, a invenção fornece em outro aspecto da invenção uma composição para perfume encapsulado, como descrita aqui

acima, na qual as cápsulas estão na forma de uma suspensão estável que possui uma viscosidade de até 3000 centipoise e, mais particularmente, cerca de 150 a 3000 centipoise quando medida com um reômetro, por exemplo, um instrumento RheoStress™ 1 (ThermoScientific), que usa discos rotatórios em uma taxa de cisalhamento de 21 s^{-1} em uma temperatura de 25°C .

[00093] Como usada aqui acima, a expressão "suspensão estável" é pretendida significar uma suspensão de cápsulas de poliureia, que depois da inspeção visível, não mostra sinais de separação de fase, tais como formação de espuma, decantação, precipitação ou coagulação quando armazenada por um período de duas semanas em uma temperatura de 50°C .

[00094] Qualquer hidroxietilcelulose que seja adequada para usar em produtos de consumo pode ser empregada como um auxiliar da dispersão de acordo com a presente invenção. Graus preferidos, entretanto, são aqueles adequados para uso em cosméticos. Graus particularmente preferidos incluem aqueles produtos Natrosol™ conhecidos na técnica e, particularmente, Natrosol™ 250 HX.

[00095] Em uma modalidade particular da invenção, a quantidade de hidroxietilcelulose empregada em uma emulsão é de cerca de 0,05 a cerca de 1,0%, mais particularmente 0,05 a 0,5% em peso com base no peso total da emulsão.

[00096] A hidroxietilcelulose fornecida é empregada como um auxiliar da dispersão, agentes de dispersão adicionais também podem ser empregados. Exemplos de auxiliares de dispersão adicionais adequados incluem qualquer um daqueles mencionados aqui acima. Em particular, os ditos auxiliares de dispersão adicionais incluem amidos, tais como National 465, Purity W ou amido B990; ou polímeros ou copolímeros de acrilato tais como Tinovis CD, Ultragel 300 e Rheocare TTA.

[00097] Quando auxiliares da dispersão adequados são empregados, eles podem ser usados em quantidades na faixa de cerca de 0,1 a cerca de 5,0%, mais particularmente 0,5 a 4% em peso e ainda mais particularmente 1 a 3% em peso com base no peso da emulsão.

[00098] A hidroxietilcelulose é preferivelmente adicionada à emulsão uma vez que ela seja formada. A adição da hidroxietilcelulose durante a formação das cápsulas é preferivelmente evitada por que ela pode aumentar a viscosidade e ser prejudicial à formação da cápsula.

[00099] A fim de evitar a contaminação microbiana, a composição para perfume encapsulado da presente invenção pode conter um conservante. O conservante pode ser encapsulado e/ou ele pode estar contido no meio da suspensão aquosa da emulsão. Conservantes adequados incluem compostos quaternários que incluem cloretos de benzalcônio e/ou cloretos de benzalcônio substituídos tais como Barquat(R) comercialmente disponível (disponibilizado por Lonza), Maquat(R) (disponibilizado por Mason), Variquat(R) (disponibilizado por Witco/Sherex) e Hyamine(R) (disponibilizado por Lonza); di(C6-C14)alquila di (C1-4 alquila e/ou hidroxialquila) de cadeia linear quaternária tal como os produtos Bardac(R) de Lonza; cloretos de N-(3-cloroalil) hexamínio tais como Dowicide(R) e Dowicil(R) disponibilizados por Dow; cloreto de benzetônio tal como Hyamine(R) de Rohm & Haas; cloreto de metilbenzetônio representado por Hyamine(R) 10* fornecido por Rohm & Haas, cloreto de cetilpiridínio tal como cloreto de Cepacol disponibilizado por Merrell Labs; e compostos de diéster de amônia quaternária. Exemplos de compostos quaternários de dialquila preferidos são o cloreto de di(C8-C12)dialquil dimetil amônia, tal como cloreto de didecildimetilamônia (Bardac(R) 22) e cloreto de dioctildimetilamônia (Bardac(R) 2050). Os compostos quaternários úteis como conservantes catiônicos e/ou agentes

antimicrobianos são selecionados preferivelmente do grupo que consiste em cloretos de dialquildimetilamônia, cloretos de alquildimetilbenzilamônia, cloretos de dialquilmetilbenzilamônia e suas misturas. Outros ativos antimicrobianos catiônicos úteis aqui incluem o cloreto de di-isobutilfenoxietoxietil dimetilbenzilamônia (comercialmente disponibilizado sob o nome comercial de Hyamine(R) 1622 por Rohm & Haas) e o cloreto de (metil)di-isobutilfenoxietoxietil dimetilbenzilamônia (isto é, cloreto de metilbenzetônio).

[000100] A composição para perfume encapsulado pode conter tensoativos. Tensoativos incluem as variedades não iônicas, catiônicas, aniônicas e zwitteriônicas.

[000101] Em adição ao perfume encapsulado como aqui descrito, a emulsão pode conter perfume não encapsulado, isto é, livre, externo às cápsulas no meio aquoso.

[000102] Se desejado, a composição para perfume encapsulada na forma de uma emulsão pode ser desidratada para fornecer uma composição para perfume encapsulado em forma de pó, o que representa outro aspecto da invenção.

[000103] A emulsão pode ser seca usando técnicas conhecidas, Por exemplo, ela pode ser seca pela decantação do líquido da suspensão e secagem das cápsulas em um forno para produzir um bolo, que pode ser renderizado em forma de pó por uma etapa de fragmentação subsequente.

[000104] Preferivelmente, entretanto, a secagem da emulsão é realizada pela secagem por pulverização e secagem em leito fluidizado sem manuseio posterior.

[000105] As técnicas de secagem por pulverização e o equipamento são bem conhecidos. O processo de secagem por pulverização empurra cápsulas suspensas através de um bocal e para dentro de uma câmara de secagem. As cápsulas podem ser arrastadas em um

fluido (tal como ar) que se move dentro de uma câmara de secagem. O fluido (que pode ser aquecido, por exemplo, em uma temperatura de 150 a 120°C, mais preferivelmente entre 170°C a 200°C e ainda mais preferivelmente entre 175°C e 185°C) faz com que o líquido evapore, deixando para trás as cápsulas secas, que podem ser coletadas do equipamento do processo e posteriormente processadas.

[000106] É convencional misturar cápsulas secas com auxiliares de fluxo para produzir pós fluxíveis que não são suscetíveis de aglomerar. Auxiliares de fluxo incluem sílicas ou silicatos, tais como sílicas precipitadas, pirogenadas ou coloidais; amidos; carbonato de cálcio; sulfato de sódio; celulose modificada; zeólitas; ou outros particulados inorgânicos conhecidos na técnica.

[000107] É muito comum, dadas as altas temperaturas e as forças de impacto encontradas durante o procedimento de secagem por pulverização, que as cápsulas de núcleo-envoltório percam algum material do núcleo. Adicionalmente, pode não ser possível trabalhar em temperaturas suficientemente altas por um período de tempo suficientemente longo para retirar toda a umidade da emulsão, sem comprometer a estabilidade térmica das cápsulas. Consequentemente, as cápsulas de poliureia que emergem de um processo de secagem por pulverização como aqui descrito, podem conter pequenas quantidades de óleo superficial assim como umidade residual. O requerente descobriu, entretanto, que o uso convencional de auxiliares de fluxo, adicionados para secar as cápsulas, não foi completamente eficaz para produzir cápsulas de poliureia da presente invenção em forma de fluxo livre que não tinha propensão para aglomerar.

[000108] Surpreendentemente, entretanto, o requerente descobriu que se o auxiliar de fluxo for adicionado à emulsão antes da etapa de secagem por pulverização, as cápsulas de poliureia resultantes produziriam pós finos, que fluem livremente que não formam bolo ou

mostram quaisquer sinais visíveis de aglomeração.

[000109] Mais particularmente, o requerente descobriu que pós particularmente bons que foram formados fluíam livremente, eram resistentes a aglomeração e tinham baixos níveis de umidade residual e óleo superficial, quando o auxiliar de fluxo adicionado à emulsão era uma forma de sílica que possui um tamanho de partícula médio que estava na faixa de micron e mais particularmente entre 1 a cerca de 8 microns, ainda mais particularmente entre 1 a 7, mais particularmente 1 a 6 e ainda mais particularmente entre 1 a 5 microns.

[000110] Adicionalmente ainda, o requerente descobriu que empregando a dita sílica que possui uma densidade aparente de cerca de 5 a cerca de (30 lb/pés³), resultou em pós particularmente bons que fluíam livremente, resistentes a aglomeração e tinham níveis baixos de umidade residual e óleo superficial.

[000111] Sílicas do grau de Syloid FP são auxiliares de fluxo particularmente preferidos, por exemplo, Syloid FP244, Syloid FP 72 ou Syloid FP 63.

[000112] Consequentemente, a invenção fornece em outro de seus aspectos, um método para fazer uma composição para perfume encapsulado como aqui definida, na forma de um pó, que compreende a etapa de secar por pulverização uma emulsão que compreende uma pluralidade de cápsulas de poliureia como aqui definidas, dispersas em um meio aquoso que compreende um auxiliar de fluxo de sílica como aqui definido acima.

[000113] Em outro aspecto da presente invenção, é fornecido uma composição para perfume encapsulado como aqui definida, na forma de um pó que compreende um auxiliar de fluxo como descrita aqui acima, o dito pó tendo um conteúdo de umidade residual de cerca de 0,1 a cerca de 8% em peso, mais particularmente 0,5% a 5% e ainda mais particularmente 1 a 3% m peso, com base no peso da emulsão.

[000114] Em outro aspecto da presente invenção é fornecida uma composição para perfume encapsulado como aqui definida, na forma de um pó que compreende um auxiliar de fluxo como descrito aqui acima, o dito pó tendo um conteúdo superficial oleoso (óleo perdido do núcleo) menor do que 5%, mais particularmente menor do que 2% e ainda mais particularmente menor do que 0,5% em peso, com base no peso do pó.

[000115] A umidade residual pode ser medida usando o método de Karl Fisher, enquanto que a quantidade de óleo superficial pode ser medida pela extração do pó com um solvente para o óleo e analisando usando GC MS.

[000116] A presente invenção também se refere à incorporação de uma composição para perfume encapsulado como definida aqui acima em um produto de higiene pessoal sem enxague. A presente invenção também se refere a um produto para higiene pessoal sem enxague que contém uma composição para perfume encapsulado como definido aqui acima.

[000117] A composição para perfume encapsulado de acordo com a presente invenção pode ser incorporada nos ditos produtos na forma de uma emulsão ou um pó. A quantidade da composição para perfume encapsulado incorporada nos ditos produtos pode variar entre 0,01% a 25%, mais particularmente 0,1% a 10% e ainda mais particularmente 0,5% a 5% em peso do produto finalizado.

[000118] A composição para perfume encapsulado da presente invenção contém cápsulas de poliureia que são sensíveis ao cisalhamento e que são adaptadas para liberar seu conteúdo de perfume pela fricção da pele sobre a pele ou da pele sobre um artigo de vestuário.

[000119] A composição para perfume encapsulado da presente invenção pode ser a única fonte de material de perfume incorporadas

nos ditos produtos. Entretanto, um perfume adicional também pode ser incorporado nos ditos produtos na forma de um perfume livre (não encapsulado) ou outros tipos de composições para perfume encapsulado podem ser empregadas com a composição para perfume encapsulado da presente invenção. Outros tipos de composições para perfume encapsulado podem incluir quaisquer cápsulas conhecidas para conter perfume, tais como cápsulas de gelatina, cápsulas de amido, cápsulas de acrílico, cápsulas de aminoplástico e semelhantes. Os outros tipos de cápsula podem liberar seu perfume por difusão ou por qualquer estímulo físico externo tal como calor, umidade, luz ou pela abrasão.

[000120] Os produtos sem enxague incluem colônias, loções pós-barba, preparações para depois do banho, loções refrescantes, cremes umectantes, cremes para o cabelo, talco e especialmente produtos desodorantes e antiperspirantes.

[000121] Desodorantes e antiperspirantes assumem a forma de um sólido, creme ou líquido. Essas formas são liberadas para o corpo através de uma variedade de dispositivos tais como latas com dispositivos para elevação que mantêm um produto sólido em posição livre (bastões), sprays para aerossol, bombas de spray e aplicadores de líquido.

[000122] Em outro aspecto da invenção ainda, é fornecido um método para conferir, intensificar, aperfeiçoar ou modificar as propriedades olfativas de um produto sem enxágue, cujo método compreende incorporar no dito produto uma composição para perfume encapsulado como definida aqui acima.

[000123] O fornecimento de produtos sem enxágue, em particular, produtos desodorantes e antiperspirantes, que contêm uma composição para perfume encapsulado como definida aqui acima, que confiavelmente libera perfume quando submetida às forças de

cisalhamento, tais como forças de atrito da pele contra a pele de um humano ou animal ou da pele contra uma superfície inanimada tal como um têxtil e o faz durante um período de até 6 horas e, mais preferivelmente até 10 horas, visa uma necessidade não satisfeita.

[000124] Como estabelecido aqui acima, a composição para perfume encapsulado da presente invenção é particularmente adequada para incorporação em produtos sem enxágue e, mais particularmente, produtos desodorantes e antiperspirantes e produtos sem enxágue que contêm a dita composição para perfume encapsulado para os aspectos adicionais da presente invenção. Os produtos para higiene pessoal antiperspirantes e/ou desodorantes contêm, em adição a composição para perfume encapsulado, pelo menos um princípio ativo e/ou pelo menos um sal ou complexo antiperspirante.

[000125] Dentro do significado da presente invenção, "princípio ativo desodorante" é compreendido significar qualquer substância capaz de mascarar, absorver, melhorar ou reduzir o odor desagradável resultante da decomposição do suor humano pelas bactérias.

[000126] Mais especificamente, os princípios ativos desodorantes podem ser agentes bacteriostáticos ou agentes bactericidas, tais como o éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenílico ([®]Triclosan), éter 2,4-dicloro-2'-hidroxidifenílico, 3',4',5'-triclorosalicilanilida, 1-(3',4'-dicloro-fenil)-3-(4'-clorofenil)ureia ([®]Triclocarban) ou 3,7,11-trimetildodeca-2,5,10-trienol ([®]Farnesol); sais quaternários de amônia, tais como sais de cetiltrimetil-amônia ou sais de cetilpiridínio, DPTA (ácido 1,3-diaminopropanotetracético) ou 1,2-decanodiol (Simclariol da Symrise).

[000127] Também devem ser mencionados, entre os princípios ativos para desodorante, os sais de zinco tais como salicilato de zinco, gliconato de zinco, pidolato de zinco, sulfato de zinco, cloreto de zinco, lactato de zinco ou fenilsulfonato de zinco; clorexidina e seus sais;

bicarbonato de sódio; ácido salicílico e seus derivados tais como o ácido 5-(n-octanoil)salicílico; derivados de glicerol tais como, por exemplo, glicerídeos caprílico/cáprico (Capmul MCM da Abitec), caprilato ou caprato de glicerol (Dermosoft GMCY e Dermosoft GMC respectivamente, da Straetmans) ou caprato de poligliceril-2 (Dermosoft DGMC da Straetmans); derivados de biguanida tais como sais de polihexametileno-biguanida; prata, zeólitas ou zeólitas sem prata.

[000128] A fim de aperfeiçoar a eficácia antiperspirante da composição, pode ser feito uso, adicionalmente, de um ou mais polímeros aniônicos solúveis em água que compreendem um ácido de Bronsted, em particular aqueles derivados de ácido maleico e/ou anidrido maleico que estão descritos no Pedido de Patente WO 02/49590.

[000129] Além disso, "sal ou complexo antiperspirantes", se refere a qualquer sal ou complexo que, por si só, tem o efeito de reduzir ou limitar o fluxo de suor e/ou absorver o suor humano. Exemplos de tais sais ou complexos antiperspirantes podem ser encontrados na monografia final OTC sobre Antiperspirants Actives e em Publicações de Patente U.S. 20100196484, 20050031565, 20050238598 e 20110212144, cujas descrições completas estão incorporadas aqui por referência.

[000130] Os sais ou complexos antiperspirantes são escolhidos, de modo geral, entre sais ou complexos de alumínio e/ou zircônia. Eles são tipicamente escolhidos entre hidro-haletos de alumínio; hidro-haletos de alumínio zircônia ou complexos de hidrocloreto de zircônia e/ou hidroxicloreto de alumínio, com ou sem um aminoácido, tais como aqueles descritos na Pat. U.S. N^o. 3.702.068.

[000131] Deve ser feita menção em particular, entre os sais de alumínio, ao cloro-hidrato de alumínio, o complexo de clorohidrex de

alumínio polietileno glicol, o complexo de clorohidrex de alumínio propileno glicol, dicloro-hidrato de alumínio, o complexo de diclorohidrex de alumínio polietileno glicol, o complexo de diclorohidrex de alumínio propileno glicol, sesquicloro-hidrato de alumínio, o complexo sesquiclorohidrex de alumínio polietileno glicol, o complexo sesquiclorohidrex de alumínio propileno glicol ou sulfato de alumínio tamponado com lactato de sódio alumínio.

[000132] Deve ser feita menção particular, entre os sais de alumínio zircônia, ao octacloro-hidrato de alumínio zircônia, pentacloro-hidrato de alumínio zircônia, tetracloro-hidrato de alumínio zircônia ou tricloro-hidrato de alumínio zircônia.

[000133] Os complexos de hidroxicloreto de zircônia e de hidroxicloreto de alumínio com um aminoácido são conhecidos de modo geral pelo nome de ZAG (quando o aminoácido é a glicina). Pode ser feita menção, entre esses produtos, os complexos de octaclorohidrex de alumínio zircônia glicina, pentaclorohidrex de alumínio zircônia glicina, tetratíohidrex de alumínio zircônia glicina e triclorohidrex de alumínio zircônia glicina.

[000134] A fim de ilustrar adicionalmente a presente invenção e suas vantagens, são dados os exemplos e os exemplos comparativos a seguir, ficando compreendido que os mesmos são pretendidos apenas ilustrar e não limitar.

Exemplo 1

[000135] As microcápsulas foram preparadas como a seguir:

[000136] Uma pré-mistura (I) compreende 25 g de polivinila pirrolidona K60 e 650 g de água e o pH foi ajustado para 10,0 usando uma solução de hidróxido de sódio. A pré-mistura (II) compreendendo 300 g de perfume a serem encapsuladas, 20 g de Desmodur[®] W e 5 g de Bayhydur[®] XP 2547 foi preparada.

[000137] As duas pré-misturas foram combinadas e emulsionadas

em temperatura ambiente por meio de um dispositivo de agitação. O processo de emulsificação foi realizado até o tamanho desejado da gotícula. O pH da emulsão foi então ajustado para 8 usando uma solução aquosa de hidróxido de sódio. Depois, 10 g de uma solução de Lupasol® PR8515 foram adicionadas em uma etapa.

[000138] A mistura de reação foi aquecida até que a reação fosse iniciada.

[000139] A mistura foi então resfriada para a temperatura ambiente.

[000140] Uma composição para perfume encapsulado foi obtida. O volume médio de distribuição do tamanho da cápsula, obtido com as medidas de dispersão da luz usando um instrumento Malvern 2000S, foi de $D_{50} = 20 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 50 \mu\text{m}$ com um peso do envoltório de 6% do peso total da composição. O conteúdo de sólidos da emulsão era de 40% em peso.

Exemplo 2

[000141] As composições para perfume encapsulado foram preparadas de acordo com a metodologia descrita no Exemplo 1. As composições continham 25% em peso da emulsão das composições de perfume que possuem os ingredientes especificados nas Tabelas 1 a 5, abaixo. O processo de encapsulação foi descrito no Exemplo 1 acima. As quantidades de aldeídos, ingredientes para perfumaria aromáticos cíclicos e salicilatos de alquila contidas nos perfumes são mostradas (partes em peso do perfume). O equilíbrio do perfume é formado a partir de outros ingredientes para perfume comumente usados na perfumaria.

[000142] As composições dos perfumes usados no exemplo estão listadas nas Tabelas 1 a 5. Como "família ionona" entende-se iononas, ironas, isoraldeínas, damasconas, damascenona, galbanono e semelhantes.

Tabela 1: Composição 1 para perfume

	Outros ingredientes	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos de alquila	Aldeídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	3			
ÉSTERES AROMÁTICOS NÃO CÍCLICOS	7			
CARBONATOS DE ALQUILA	1.5			
DIMETIL BENZILA ACETATO DE CARBINILA	2			
AGRUMEX		5		
PARA-ANISALDEÍDO				0.3
ALCÓOIS DE TERPENOS	22			
TERPINEOL		2		
ACETATO DE TERPENILA		2		
CITRONELIL NITRILA	1			
FAMÍLIA IONONA		10,7		
EUCALIPTOL		0,8		
FLOROSA		5		
GARDOCICLENO		1		
INDOFLOR	0,3			
ISO E SUPER		10		
FAMÍLIA JASMONA		1		
MAYOL		2		
ÁLCOOL AROMÁTICO	5			
MENTONA		0,3		
LACTONAS		0,5		
SALICILATO DE HEXILA			10	
RADJANOL	2			
ÉTERES AROMÁTICOS	0,3			
ÓXIDO ROSA		0,3		
ALMÍSCARES MACROCÍCLICOS		5		
TOTAL	44,1	45,6	10	0,3

Tabela 2: Composição 2 para perfume

	Outros ingredientes	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos de alquila	Aldeídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	3			
ÉSTERES AROMÁTICOS NÃO CÍCLICOS	8			
CARBONATOS DE ALQUILA	3			
ACETATO DE BORNILA		3		
ALDEÍDO C 12 MNA				1
FLORALOZONA				1
ALCÓOIS DE TERPENO	37			
CETAIS	5			
LEMONILE	0			
FAMÍLIA IONONA		3		
CANFORA		2		
PENÓIS	0			
JASMACICLENO		2		
ISO E SUPER		10		
ÁLCOOL AROMÁTICO	4			
SALICILATO DE CIS-3-HEXENILA			3	
SALICILATO DE HEXILA			10	
ÉTERES AROMÁTICOS	0			
ALMÍSCARES MACROCÍCLICOS		5		
TOTAL	59	26	13	2

Tabela 3: Composição 3 para perfume

	Outros ingredientes	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos de alquila	Aldeídos
ÉSTERES AROMÁTICOS	8			
ÉSTERES AROMÁTICOS NÃO CÍCLICOS	15			
CARBONATOS DE ALQUILA	2			
ACETATO DE PARA TERC BUTIL CICLO-HEXILA		5		
AGRUMEX		8		
ÁLCOOIS DE TERPENOS	11			
FLORHYDRAL				2
HELIOTROPINA				1
FAMÍLIA IONONA		8		
FLOROCYCLENE & HERBANATE		6		
INDOFLOR				
ISO E SUPER		4		
FAMÍLIA JASMONA		2		
ÁLCOOL AROMÁTICO	1			
LACTONAS		5		
ALMÍSCARES MACROCÍCLICOS		5		
FENÓIS	0,2			
HEDIONA		16		
NECTARYL		2		
TOTAL	38	60	0	2

Tabela 4: Composição 4 para perfume

	Outros ingredientes	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos de alquila	Aldeídos
ÉSTERES AROMÁTICOS NÃO CÍCLICOS	16,0			
PROPIONATO DE ALIL CICLO-HEXILA		2,0		
AGRUMEX		35,4		
ALCOOIS	3,0			
LILIAL				5,0
FAMÍLIA IONONA		1,1		
JASMACICLENO		20,0		
LACTONAS		10,0		
SALICILATO DE CIS-3-HEXENILA			2,0	
NECTARYL		5,0		
TOTAL	19,0	73,5	2,0	5,0

Tabela 5: Composição 5 para perfume

	Outros ingredientes	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos de alquila	Aldeídos	Acetais (1)
ÉSTERES AROMÁTICOS	3,4				
ÉSTERES AROMÁTICOS NÃO CÍCLICOS	6,0				
CARBONATOS DE ALQUILA	4,8				
ACETATO DE DIMETIL CARBINILA			6,0		
ALDEÍDO C 12 MNA				0,7	
FLORALOZONA				1,4	
ALOOIS DE TERPENOS	43,4				
METIL PAMPLEMOUSSE					12,0
CITRONELIL NITRILA	2,4				
LEMONILA	0,2				
ACETATO DE BORNILA		2,4			
INDOFLOR					
ISO E SUPER		12,0			
CÂNFORA		1,7			
SYLKOLIDE	1,0				
ÉTERES AROMÁTICOS	0,4				
ALMÍSCARES MACROCÍCLICOS	0,5				
COMPONENTES RESIDUAIS	1,4				
TOTAL	63,6	16,1	6,0	2,2	12,0

acetais 2,2,2-trissubstituídos

Tabela 6: Desempenho da encapsulação das composições para perfume

	Aldeídos	Ingredientes cíclicos não aromáticos	Salicilatos	Acetais 2,2,2-trissubstituídos	Encapsulação
Perfume 1	0,3	45,6	10		SIM
Perfume 2	2,0	26,0	13,0		SIM
Perfume 3	2,0	60,0	0		SIM
Perfume 4	5,5	73,5	2,0		SIM
Perfume 5	2,2	16,1	6,0	12,0	SIM

Exemplo 3

[000143] Um teste sensorial foi realizado para comparar a intensidade de duas amostras de composição para perfume encapsulado, formadas de acordo com o método do Exemplo 1, contendo o mesmo perfume, mas com dois tamanhos diferentes com D50 de 10 e 30 microns, ao longo do tempo quando em uma base para desodorante roll-on. Os desodorantes roll-on foram testados sobre a pele por um painel sensorial treinado. Os produtos foram avaliados quando aplicados recentemente e depois de duas horas, 6 horas e 10 horas depois da aplicação. Depois de 10 horas, os produtos também foram avaliados depois da fricção e diretamente sobre a pele.

[000144] A intensidade global percebida foi avaliada por um painel sensorial treinado usando uma escala de 0 a 100.

[000145] Os panelistas foram instruídos a cheirar suas axilas imediatamente depois da aplicação da amostra e depois de duas horas, 6 horas, 10 horas e 10 horas depois da fricção através da camiseta. 10 horas depois da aplicação e depois da fricção das axilas também foram avaliadas diretamente na pele.

[000146] Para a avaliação da fricção, os panelistas foram instruídos a mover seus braços esquerdos para frente e os braços direitos para trás, simultaneamente, enquanto garantiam que os braços friccionavam a lateral de seus corpos e seus antebraços estavam horizontalmente em frente a eles. Eles foram orientados a fazer esse movimento quatro vezes no total.

[000147] A alocação de qual amostra foi aplicada a qual braço (direito ou esquerdo) foi realizada de acordo com uma randomização predeterminada e os panelistas foram sempre orientados a avaliar suas axilas esquerdas primeiro. Cada amostra foi avaliada uma vez pelos 21 panelistas.

[000148] Os dados foram analisados usando um teste T de Student. O nível de confiança era de 95%.

Tabela 7

Diâmetro da Cápsula	Peso do Envoltório (1) (%)	Tempo 0 Inicial	Tempo duas horas	Tempo 6 horas	Tempo 10 horas	Tempo 10 horas Pós-fricção
D50 = 10 microns	15	28	22	19	13	18
D50 = 30 microns	15	38	30	23	13	20
D50 = 30 microns	19	37	27	23	14	20
D50 = 30 microns	23	28	23	20	13	18

[000149] Percentual em peso com base no peso da cápsula (material encapsulado + material do envoltório)

[000150] Os resultados mostram um benefício significativo das cápsulas que possuem uma proporção de peso de envoltório para o diâmetro de menos do que cerca de 0,7.

Exemplo 4

[000151] Uma série de emulsões contendo cápsulas de poliureia foi formulada como descrito na Tabela 8 e a extensão da separação de fase foi medida depois de uma semana a 50°C. Como aparente a partir dos resultados, quando a hidroxietil celulose (Natrosol 250HX) em 0,4% em peso foi usada, a emulsão permaneceu capaz de ser vertida. Todas as outras dispersões falharam na estabilização da emulsão durante o período de teste.

[000152] A separação de fase foi medida pela avaliação a olho nu e foi expressa como a proporção da altura da fase aquosa para a altura total da emulsão.

Tabela 8

	1	2	3	4	5	6	Natrosol 250 HX (%p)	Separação de fase %	Viscosidad e (cps)
	%	%	%	%	%	%			
Emulsão A						1,5	0	40	
Emulsão B							0,4	0	2400
Emulsão C	3						0	10	
Emulsão D		3,5					0	10	
Emulsão E			1,5				0	15	
Emulsão F				0,5			0	30	
Emulsão G					2		0	40	

1 = National 465; 2 = Amido B990; 3 = Tinovis CD; 4 = Ultrigel 300; 5 = Rheocare TTA; 6 = Purity W

Exemplo 5

[000153] 90g de composição para perfume encapsulado formada de acordo com o procedimento do Exemplo 1 foram formadas como uma emulsão. A essa emulsão foram adicionadas 9 g de Capsul E (@ 23% em água) e 1 g de sílica (Syloid FP 244). A emulsão foi agitada 30 min a 250 rpm e seca por pulverização em um secador por pulverização (Labplant) usando um atomizador. A temperatura da entrada era de 180°C e a temperatura de saída era de 90°C. Um pó fluxível foi obtido com um D50 de 30 microns e um carregamento de 65% de fragrância. A constante de água residual era de 4% em peso e o óleo superficial era de 0,8% em peso.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição para perfume encapsulado, caracterizada pelo fato de que compreende uma ou mais cápsulas de poliureia que apresentam um diâmetro volumétrico médio de 20 a 90 microns e um peso do envoltório da cápsula de 5 a 40% em peso do peso total das cápsulas (núcleo + envoltório), em que a tensão de ruptura nominal das cápsulas de poliureia está na faixa de 0,1 a 2 MPa.

2. Composição para perfume encapsulado de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a tensão de ruptura nominal das cápsulas de poliureia está na faixa de 0,2 a 1,5 Mpa, mais preferencialmente na faixa de 0,4 a 1 MPa

3. Composição para perfume encapsulado de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que a proporção em peso do envoltório (expressa como um percentual do peso total das cápsulas (núcleo + envoltório)) para o diâmetro volumétrico médio (expresso em micron) é de cerca de $0,7 \text{ microns}^{-1}$ ou menos.

4. Composição para perfume encapsulado de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato que o perfume encapsulado compreende pelo menos 60% em peso de ingredientes para perfume que possuem uma solubilidade em água de 15.000 ppm ou menos.

5. Composição para perfume encapsulado de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizada pelo fato que as cápsulas não contêm solvente encapsulado.

6. Composição para perfume encapsulado de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizada pelo fato de que está na forma de um pó que compreende um auxiliar da fluidez de sílica, em que a sílica apresenta um tamanho de partícula de 1 a 8 microns.

7. Método de formação de uma composição para perfume

encapsulado, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que compreende a etapa de dispersar a sílica na composição para perfume encapsulado na forma de uma emulsão e desidratar a emulsão.

8. Método de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a emulsão é desidratada pela secagem por pulverização.

9. Produto para higiene pessoal sem enxague, caracterizado pelo fato de que compreende uma composição para perfume encapsulado, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6.

10. Produto sem enxague de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que está na forma de um produto desodorante ou de um antiperspirante.