



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

(21) PI 0915934-7 A2



(22) Data do Depósito: 23/07/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 18/08/2020

(54) Título: PARTÍCULA DE DISTRIBUIÇÃO

(51) Int. Cl.: A61K 9/50; A61K 8/02; A61Q 13/00; A61K 47/22; A61K 9/14; (...).

(30) Prioridade Unionista: 30/07/2008 US 61/084.786.

(71) Depositante(es): APPLETON PAPERS INC..

(72) Inventor(es): JITEN ODHAV JI DIHORA; WALTER FRANCISCUS VANDERVEKEN; SANFORD THEODORE KIRKSEY, JR.; JOHN CHARLES DEBRAALL; ROBERT STANLEY BOBNOCK; ADAM KEITH DRUCKREY; GARY THOMAS HART.

(86) Pedido PCT: PCT US2009004259 de 23/07/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/014172 de 04/02/2010

(85) Data da Fase Nacional: 25/01/2011

(57) Resumo: PARTÍCULA DE DISTRIBUIÇÃO. A presente invenção se refere à agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados e processos para fabricar e usar composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados que não requerem ou requerem uma quantidade reduzida de materiais varredores. Tais agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados são processados de modo que nenhum ou baixos níveis de materiais varredores são necessários.

"PARTÍCULA DE DISTRIBUIÇÃO"

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção se refere aos agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados e processos para fabricar e usar composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

10 Agentes de benefício, como perfumes, silicões, ceras, aromatizantes, vitaminas e agentes amaciantes de tecido, são dispendiosos e em geral menos eficazes quando empregados em altos níveis em composições de cuidado pessoal, composições de limpeza e composições para cuidado de tecidos. Como resultado, há um desejo de maximizar a eficácia de tais agentes de benefício. Um método de alcançar este objetivo é aumentar a eficiência da distribuição em tais agentes de benefício. Infelizmente, é difícil aumentar a eficiência de distribuição de agentes de benefício, visto que tais agentes podem ser perdidos devido às características físicas ou químicas dos agentes, ou tais agentes podem ser incompatíveis com outros componentes da composição ou o local que é tratado.

15 Em um esforço de melhorar as eficiências da distribuição de agentes de benefício, a indústria, em muitos casos, encapsulou tais agentes de benefício. Infelizmente, composições como pastas fluidas de microcápsula de formaldeído de melamina podem conter materiais como formaldeído residual que, até agora, são removidos introduzindo-se materiais sequestrantes à pasta fluida e/ou produtos contendo a pasta fluida acima mencionada. Embora tais esforços possam ser eficazes, esses esforços aumentam a complexidade da formulação visto que materiais sequestrantes podem ser incompatíveis com muitas matérias-primas que são necessárias para formular um produto de consumo desejado.

20 Em consequência, existe uma necessidade de agentes de benefício encapsulados, composição, que não necessitam ou requerem um nível reduzido de materiais sequestrantes, e que compreendem tais agentes de benefício encapsulados e processos para fabricar e usar composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

30 A presente invenção se refere aos agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados e processos para fabricar e usar composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados que não requerem ou requerem quantidades reduzidas de materiais sequestrantes.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Definições

35 Conforme usado aqui, "produto de consumo" significa cuidados com o bebê, cuidados de beleza, cuidados de tecidos & lar, cuidados femininos, cuidados de saúde, produtos de lanches e/ou bebidas ou dispositivos destinados a serem usados ou consumidos na for-

ma em que são vendidos, e não destinados à fabricação ou modificação comercial subsequente. Tais produtos incluem, mas não estão limitados a, fraldas, babadores, lenços; produtos para e/ou métodos relacionados ao tratamento de cabelos (humano, canino e/ou felino), incluindo branqueamento, coloração, tingimento, condicionadores, xampus, estilização; 5 desodorantes e antitranspirantes; limpeza pessoal; cosméticos; cuidados da pele incluindo aplicações de cremes, loções e outros produtos topicamente aplicados para uso de consumo; e produtos para barbear, produtos para e/ou métodos relacionados ao tratamento de tecidos, superfícies duras e quaisquer outras superfícies na área de cuidado de tecidos e do lar, incluindo: cuidado do ar, cuidado do carro, lavagem de louça, condicionamento de tecidos (incluindo amaciamento), detergentes de lavanderia, aditivos e/ou cuidados de lavanderia 10 e enxague, limpeza e/ou tratamento de superfícies duras, e outras limpezas para uso de consumo ou institucional; produtos e/ou métodos relacionados a tecidos de banho, tecido facial e/ou lenços de papel, absorventes internos, absorventes femininos; produtos e/ou métodos relacionados ao cuidado oral incluindo pastas de dentes, géis dentais, adesivos para 15 dentaduras; cuidados da saúde sem a necessidade de prescrição médica (OTC) incluindo remédios para tosse e gripe, analgésicos, substâncias farmacêuticas para RX, saúde e nutrição de animais e purificação de água; produtos alimentícios processados destinados principalmente a consumo entre refeições habituais ou como acompanhamento de refeição (exemplos não-limitantes incluem batata chips, tortilhas, pipoca, salgadinhos, chips de milho, 20 barras de cereais, chips ou crisps de vegetais, misturas para lanches, misturas para festas, chips de múltiplos grãos, biscoitos para lanches, lanches de queijo, torresmo, lanches de milho, lanches em pastilhas (pellet snacks), lanches extrusados e chips do tipo rosquinhas); e café.

Conforme usado aqui, o termo "composição de limpeza" inclui, a menos que indicado de outra forma, agentes de lavagem para todas as finalidades ou "pesados" ("heavy-duty") 25 granulares ou em forma de pó, especialmente detergentes de limpeza; agentes de lavagem para todas as finalidades em forma de líquido, gel ou pasta, especialmente os chamados tipos líquidos pesados; detergentes líquidos para tecidos finos; agentes para lavagem manual de louças ou agentes para lavagem de louça rápida, especialmente aqueles do tipo altamente espumantes; agentes para máquina de lavar louça, incluindo os diversos 30 tipos em barra, granulares, líquidos e auxiliares de enxague para uso doméstico e institucional; agentes desinfetantes e de limpeza líquidos, incluindo tipos bacterianos para lavagem das mãos, barras de limpeza, enxaguatórios bucais, limpadores de prótese, dentífricos, xampus para carro ou carpete, limpadores para banheiros; xampus e condicionadores de 35 cabelos; géis para ducha e banhos de espuma e limpadores de metais; assim como auxiliares de limpeza como aditivos alvejantes e dos tipos "tira-manchas" ("stain-stick") ou pré-tratamento, produtos carregados em substratos como folhas adicionadas à secadora, lenços

e almofadas secos e umedecidos, substratos não tecidos e esponjas; assim como pulverizações e névoas.

Como usado aqui, o termo "composição para cuidado de tecidos" inclui, a menos que indicado de outra forma, composições amaciantes para tecidos, composições melhoradoras de tecidos, composições refrescantes de tecidos e combinações das mesmas.

Como usada aqui, a expressão "partícula de distribuição de agente de benefício" abrange microcápsulas incluindo microcápsulas de perfume.

Como usados aqui, os termos "partícula", "partícula de distribuição de agente de benefício", "cápsula" e "microcápsula" são sinônimos.

Conforme usados aqui, os artigos incluindo "um", "uma", quando usados em uma reivindicação, são entendidos como significando um ou mais do que é reivindicado ou descrito.

Conforme usados aqui, os termos "incluem", "inclui" e "incluindo" devem ser entendidos como não limitantes.

Os métodos de teste descritos na Seção "Métodos de Teste" do presente pedido de patente devem ser usados para determinar os valores respectivos dos parâmetros da invenção dos depositantes.

A menos que indicado de outra forma, todos os níveis de componente ou composição são com referência à parte ativa desse componente ou composição, e não incluem impurezas, por exemplo, solventes ou subprodutos residuais, que podem estar presentes em fontes comercialmente disponíveis de tais componentes ou composições.

Todas as porcentagens e proporções são calculadas por peso a menos que indicado de outra forma. Todas as porcentagens e proporções são calculadas com base na composição total, a menos que indicado de outra forma.

Deve ser entendido que toda limitação numérica máxima dada neste relatório descritivo inclui qualquer limitação numérica inferior, como se tais limitações numéricas estivessem expressamente escritas aqui. Toda limitação numérica mínima dada neste relatório descritivo irá incluir qualquer limitação numérica superior, como se tais limitações numéricas superiores estivessem expressamente escritas aqui. Toda faixa numérica dada neste relatório descritivo irá incluir qualquer faixa numérica mais estreita dentro de tal faixa numérica mais ampla, como se tais faixas numéricas mais estreitas estivessem todas expressamente escritas aqui.

COMPOSIÇÕES DE DISTRIBUIÇÃO DE AGENTE DE BENEFÍCIO

Processos de encapsulamento tipicamente transformam dois ou mais materiais monoméricos em uma ou mais macromoléculas que revestem um agente de benefício. Durante o processo de encapsulamento, subprodutos indesejáveis podem ser formados. Por exemplo, a reação de condensação de resinas amino pode gerar formaldeído. Tentativas de

remover tais produtos indesejáveis incluem o emprego de sequestrantes químicos. Os depositantes surpreendentemente verificaram que mesmo quando os subprodutos residuais são manejados através dos meios químicos acima mencionados, há um limite ao qual tais subprodutos podem ser reduzidos e os níveis de subprodutos podem aumentar com o tempo. Com base em tal observação, os depositantes descobriram que o processo de encapsulamento proporcionou agentes de benefício encapsulados e partículas de casca compreendendo principalmente as macromoléculas acima mencionadas. Em resumo, tais partículas de casca podem ser essencialmente isentas de agente de benefício, ainda atuando como reservatórios de subprodutos. Assim, quando tais partículas de casca são removidas, níveis de subprodutos podem ser manejados de modo que níveis muito mais baixos de subprodutos podem ser obtidos e mantidos.

Assim, os depositantes descrevem uma composição de distribuição de agente de benefício que pode compreender, com base no peso total da composição de distribuição de agente de benefício:

a.) de cerca de 2% a cerca de 95%, de cerca de 20% a cerca de 75%, de cerca de 30% a cerca de 70%, ou até de cerca de 30% a cerca de 65%, de um agente de benefício encapsulado, o dito agente de benefício encapsulado opcionalmente compreendendo uma quantidade suficiente de agente de benefício para proporcionar, com base no peso total da composição de distribuição de agente de benefício, de cerca de 1% a cerca de 85%, de cerca de 8% a cerca de 80%, de cerca de 12% a cerca de 75%, de cerca de 15% a cerca de 65%, de cerca de 20% a cerca de 60% ou até de cerca de 25% a cerca de 55% de agente de benefício;

b.) menos do que cerca de 1% a cerca de 30%, de cerca de 1% a cerca de 20%, de cerca de 2% a cerca de 20%, de cerca de 5% a cerca de 20%, de cerca de 5% a cerca de 15% ou até de cerca de 5% a cerca de 12% de partículas de casca; e

c.) o equilíbrio da dita composição de distribuição de agente de benefício sendo um ou auxiliares e/ou veículos de processamento.

Em um aspecto da composição de distribuição de agente de benefício acima mencionada, o dito agente de benefício encapsulado pode compreender, um agente de benefício selecionado a partir do grupo que consiste em perfumes; abrillantadores; repelentes de insetos; silicões; ceras; aromatizantes; vitaminas; agentes amaciantes de tecido; agentes para cuidado da pele incluindo parafinas; enzimas; agentes antibacterianos; alvejantes e misturas dos mesmos.

Em um aspecto da composição de distribuição de agente de benefício acima mencionada, as ditas partículas de casca podem compreender uma resina amino, por exemplo, uma resina melamina e/ou uréia.

Em um aspecto da composição de distribuição de agente de benefício acima men-

cionada, o dito perfume compreende uma matéria-prima de perfume selecionada a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II, III e misturas das mesmas.

5 Em um aspecto da composição de distribuição de agente de benefício acima mencionada, os ditos um ou mais auxiliares de processamento são selecionados a partir do grupo que consiste em água materiais inibidores de agregados como sais bivalentes, polímeros de suspensão de sujeira e misturas dos mesmos.

10 Em um aspecto, os ditos um ou mais veículos da composição de distribuição de agente de benefício acima mencionada podem ser selecionados a partir do grupo que consiste em solventes polares, incluindo, mas não limitados a, água, etileno glicol, propileno glicol, polietileno glicol, glicerol; solventes não-polares, incluindo, mas não limitados a, óleo mineral, matérias-primas de perfume, óleos de silicone, óleos parafínicos de hidrocarboneto e misturas dos mesmos.

15 Em um aspecto da composição de distribuição de agente de benefício acima mencionada:

a. o dito perfume pode compreender uma matéria-prima de perfume selecionada a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II e misturas das mesmas;

20 b. os ditos um ou mais auxiliares de processamento podem ser selecionados a partir do grupo que consiste em água, materiais inibidores de agregados como sais bivalentes, polímeros de suspensão de sujeira e misturas dos mesmos; e

25 c. os ditos um ou mais veículos podem ser selecionados a partir do grupo que consiste em água, etileno glicol, propileno glicol, polietileno glicol, glicerol; solventes não-polares como óleo mineral, matérias-primas de perfume, óleos de silicone, óleos parafínicos de hidrocarboneto e misturas dos mesmos.

Em um aspecto, os depositantes descrevem uma composição de distribuição de agente de benefício fabricada através de qualquer um dos processos descritos no presente relatório descritivo.

30 PROCESSOS PARA FABRICAR COMPOSIÇÕES DE DISTRIBUIÇÃO DE AGENTE DE BENEFÍCIO

Em um aspecto, os depositantes descrevem um processo que pode compreender submeter uma composição de distribuição de agente de benefício compreendendo um ou mais agentes de benefício encapsulados e mais do que 0,9%, mais do que 2,0%, mais do que 5%, mais do que 10% ou até mais do que 10% a cerca de 40% de partículas de casca
35 para uma operação selecionada a partir do grupo que consiste em centrifugação, filtração, troca de solvente, evaporação instantânea, decantação, separação por flutuação, secagem por pulverização, adsorção reativa, absorção reativa e combinações das mesmas, por um

período de tempo suficiente para reduzir a percentagem das ditas partículas de casca na dita composição de distribuição de agente de benefício em pelo menos 20%, pelo menos 50%, pelo menos 70%, pelo menos 80%, pelo menos 85%, pelo menos 90%, pelo menos 95%, pelo menos 99,9% ou até de cerca de 99,9% a cerca de 99,999%.

5 Em um aspecto do processo acima mencionado, a dita centrifugação pode compreender um processo selecionado a partir do grupo que consiste em:

a.) centrifugação por bateladas que pode compreender aplicar uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 5.000, de cerca de 500 a cerca de 4.000, de cerca de 1000 a cerca de 3000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício, em um outro aspecto, a centrifugação por bateladas que pode compreender aplicar uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício;

b.) centrifugação contínua que pode ter pelo menos um dos seguintes parâmetros de processo; uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 5.000, de cerca de 500 a cerca de 4.000, de cerca de 1.000 a cerca de 3.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício; uma viscosidade de fluido de entrada de cerca de 0,1 a cerca de 2000 centipoise, de cerca de 1 a 500 centipoise, de cerca de 10 a 100 centipoise; uma velocidade de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,2 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 0,5 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 1 a cerca de 4 metros por segundo, ou até de cerca de 2 a cerca de 3 metros por segundo; e a pressão de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 69 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 827,4 kPa manométrico (120 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig); e/ou uma queda de pressão através da centrifuga contínua, da entrada para a saída, de cerca de 20,7 kPa manométrico (3 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig), de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig), de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 206,8 kPa manométrico (30 psig), ou até de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig); uma concentração de sólidos da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,5 a 90%, de cerca de 1 a 50%, de cerca de 5 a 40% e de cerca de 10 a 35%; em um aspecto, a dita força centrífuga em múltiplos de gravidade pode ser de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300

a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício; e

c.) combinações dos mesmos.

Em um aspecto do processo acima mencionado, os ditos parâmetros de processo contínuo podem compreender:

a.) uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 5.000, de cerca de 500 a cerca de 4.000, de cerca de 1.000 a cerca de 3.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício; em um outro aspecto, uma força centrífuga pode ser em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício;

b.) uma viscosidade de fluido de entrada de cerca de 0,1 a cerca de 2000 centipoise, de cerca de 1 a cerca de 500 centipoise, de cerca de 10 a 100 centipoise;

c.) uma velocidade de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,2 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 0,5 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 1 a cerca de 4 metros por segundo, ou até de cerca de 2 a cerca de 3 metros por segundo;

d.) uma pressão de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 827,4 kPa manométrico (120 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig);

e.) uma queda de pressão através da centrífuga contínua, da entrada para a saída, de cerca de 20,7 kPa manométrico (3 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig), de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig), de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig), ou até de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig).

Em um aspecto do processo acima mencionado, o dito processo pode compreender um processo de filtração selecionado a partir do grupo que consiste em filtração por bateladas, filtração contínua e combinações dos mesmos, o dito processo pode compreender pelo menos um dos parâmetros de processo a seguir:

a.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro, o dito meio de filtro tendo um tamanho de poro médio que é de cerca de 10 kDa a cerca de 30 microns, de cerca de 300 kDa a cerca de 20 microns, de cerca de 0,15 microns a cerca de 18 microns, de cerca de 5 a cerca de 15 microns;

b.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 689,5 kPa manométrico (100 psig), de cerca de 68,9 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig) ou até de cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig);

c.) uma taxa de remoção de permeado de cerca de 0,1 kg/min/pés² a cerca de 50 kg/min/pés², de cerca de 0,5 kg/min/pés² a cerca de 30 kg/min/pés², de cerca de 1,0 kg/min/pés² a cerca de 20 kg/min/pés², de cerca de 1,5 kg/min/pés² a cerca de 10 kg/min/pés² ou até de cerca de 2 kg/min/pés² a cerca de 5 kg/min/pés².

Em um aspecto do processo acima mencionado, o dito processo pode compreender os parâmetros de processo a seguir:

a.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro, o dito meio de filtro tendo um tamanho de poro médio que é de cerca de 10 kDa a cerca de 30 microns, de cerca de 300 kDa a cerca de 20 microns, de cerca de 0,15 microns a cerca de 18 microns, de cerca de 5 a cerca de 15 microns;

b.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 689,5 kPa manométrico (100 psig), de cerca de 68,9 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig) ou até de cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig); e

c.) uma taxa de remoção de permeado de cerca de 0,1 kg/min/pés² a cerca de 50 kg/min/pés², de cerca de 0,5 kg/min/pés² a cerca de 30 kg/min/pés², de cerca de 1,0 kg/min/pés² a cerca de 20 kg/min/pés², de cerca de 1,5 kg/min/pés² a cerca de 10 kg/min/pés² ou até de cerca de 2 kg/min/pés² a cerca de 5 kg/min/pés².

Em um aspecto do processo acima mencionado, o dito processo pode compreender secagem da dita composição de distribuição de agente de benefício, a dita secagem pode compreender atomização da dita composição de distribuição de agente de benefício para formar gotículas de composição de distribuição de agente de benefício tendo um tamanho de gotícula de cerca de 2 microns a cerca de 200 microns, de cerca de 10 microns a cerca de 150 microns, de cerca de 15 microns a cerca de 100 microns, de cerca de 20 microns a cerca de 100 microns, de cerca de 30 microns a cerca de 80 microns, de cerca de 50 microns a cerca de 70 microns, as ditas gotículas sendo atomizadas em uma unidade de atomização tendo pelo menos uma entrada e uma saída, pelo menos uma das ditas entradas tendo uma temperatura de ar de entrada de cerca de 100 °C a cerca de 280 °C, de cerca de 150 °C a cerca de 230 °C, de cerca de 180 °C a cerca de 210 °C ou até de cerca de 190 °C a cerca de 200 °C, pelo menos uma das ditas saídas tendo uma temperatura de ar de saída de cerca de 50 °C a cerca de 130 °C, de cerca de 70 °C a cerca de 120 °C, de cerca de 90

°C a cerca de 110 °C ou até de cerca de 95 °C a cerca de 105 °C.

Em um aspecto do processo acima mencionado, o dito processo pode compreender adsorção e/ou absorção que pode compreender contatar a dita composição de distribuição de agente de benefício com um meio de adsorção e/ou absorção de cerca de 5 minutos a cerca de 500 minutos, de cerca de 10 minutos a cerca de 400 minutos, de cerca de 15 minutos a cerca de 300 minutos, de cerca de 20 minutos a cerca de 200 minutos, de cerca de 30 minutos a cerca de 120 minutos, de cerca de 30 minutos a cerca de 60 minutos; a uma temperatura da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 20 °C a cerca de 110 °C, de cerca de 30 °C a cerca de 90 °C, de cerca de 40 °C a cerca de 80 °C, de cerca de 50 °C a cerca de 80 °C, de cerca de 60 °C a cerca de 80 °C, e então separar o dito meio de adsorção e/ou absorção e a dita distribuição de agente de benefício.

Em um aspecto do processo acima mencionado, o dito processo pode compreender flutuação e/ou decantação, em que a composição de distribuição de agente de benefício é deixada separar em dois ou mais componentes da composição de distribuição de agente de benefício, um dos ditos componentes compreendendo a maioria das ditas partículas de casca e um segundo componente compreendendo a maioria dos ditos agentes de benefícios encapsulados, a dito segundo componente compreendendo a dita maioria do dito agente de benefício encapsulado pode ser separado do restante dos ditos componentes de distribuição de agente de benefício. Em um aspecto, a separação de fase é acelerada ajustando-se a densidade da fase aquosa através da adição de sais (por exemplo, cloreto de sódio, cloreto de magnésio, cloreto de cálcio, sulfato de sódio e similares). Em um aspecto, a separação de fase é acelerada aumentando-se a temperatura da composição de distribuição de agente de benefício. Em um aspecto, a separação de fase é acelerada adicionando-se mais da fase aquosa, assim causando uma diluição da composição de distribuição de agente de benefício. Em qualquer um ou combinações desses aspectos da invenção, a dita composição de distribuição de agente de benefício é deixada separar por um tempo de cerca de 0,5 hora a cerca de 96 horas, de cerca de 1 hora a cerca de 72 horas, de cerca de 3 horas e cerca de 48 horas, de cerca de 5 horas a cerca de 24 horas, de cerca de 8 horas a cerca de 20 horas, de cerca de 10 horas a cerca de 16 horas ou até de cerca de 12 horas a cerca de 16 horas.

Os depositantes também descrevem processos físicos que podem compreender a remoção de um contaminante através de processos de dessolvatação, tais processos geralmente compreendem as etapas de (1) adição de um solvente miscível ou imiscível à composição de distribuição de agente de benefício para maximizar a concentração do contaminante na fase de solvente, (2) remoção da fase de solvente contendo a alta concentração de contaminante, e (3) opcionalmente, reconstituição do bolo livre de solvente da composição de distribuição de agente de benefício como um meio para passar a composição de distribuição de agente de benefício através de um ou mais processos adicionais ou, de ma-

neira alternativa, para melhorar as propriedades da composição de distribuição de agente de benefício altamente concentrada, de modo que pode ser bombeada ou manuseada. Exemplos de processos que compreendem essas etapas incluem, mas não estão limitados a, centrifugação, filtração, troca de solvente, evaporação instantânea, decantação, separação por flutuação, secagem por pulverização, adsorção reativa, absorção reativa, separação eletroforética e combinações dos mesmos.

Em um aspecto, centrifugação por bateladas ou contínua é utilizada para purificar a composição de distribuição de agente de benefício. Em um processo de batelada, a composição de distribuição de agente de benefício é carregada ao receptáculo de centrífuga, e força gravitacional suficiente é aplicada para alcançar a separação de fase. A medição da força centrífuga que descreve a aceleração centrífuga em múltiplos de gravidade é calculada através da equação a seguir: w^2r/g , o quadrado da velocidade angular (em radianos por segundo), multiplicado pela distância do centro da centrífuga até o final do tubo de centrifugação (superfície externa da camada de líquido, em centímetros), e dividindo isto pela força gravitacional (981 centímetros por segundo, a cada segundo). A força centrífuga aplicada à composição de distribuição de agente de benefício, em múltiplos de gravidade, é de 100 a 20.000, de 200 a 10.000, de 300 a 5.000, de 500 a 4.000, de 1.000 a 3.000 múltiplos de gravidade. Em um outro aspecto, a força centrífuga aplicada à composição de distribuição de agente de benefício, em múltiplos de gravidade, pode ser de 100 a 20.000, de 200 a 10.000, de 300 a 9.000, de 500 a 8.000, de 2.000 a 7.000 múltiplos gravidade. Em um processo contínuo, a composição de distribuição de agente de benefício pode ser bombeada para dentro de um dispositivo que impõe uma força centrífuga à composição de distribuição de agente de benefício. Tais processos tipicamente compreendem uma alta velocidade de entrada e uma alta pressão de entrada, e um movimento circular do fluido dentro do dispositivo para causar o movimento de materiais de alta densidade para a parede exterior, e materiais de densidade mais baixa para o centro. Existem dois pontos de saída para o fluido do dispositivo. No caso de um hidrociclone, o fluido de densidade inferior é removido do dispositivo através de um tubo para o centro do dispositivo, a taxa de fluxo desta corrente é governada pela queda de pressão na saída da corrente. O fluido de densidade superior é removido no fundo do dispositivo, a taxa de fluxo desta corrente é governada pela pressão na saída da corrente.

No caso de uma centrífuga de pilha de discos, a máquina consiste em uma vasilha rotativa, vertical com uma pilha de discos integral. A pilha de discos contém um conjunto de discos cônicos truncados separados por fino espaçamento ou calafetas. A alimentação é introduzida à vasilha rotativa de uma maneira não-interrompida através do eixo de entrada, até o fundo da pilha de discos. Estrias de guia são então usadas para acelerar a pasta fluida para a velocidade rotacional da vasilha. A separação ocorre no canal de fluxo estreito da

pilha de discos. Os sólidos mais pesados são jogados para fora por força centrífuga e, uma vez que eles alcançam a parte inferior do disco, eles deslizam para baixo ao longo da superfície do disco. Por fim, os sólidos são jogados para a posição mais externa na vasilha, onde eles começam a coletar no espaço de espera de sedimentação. Os sólidos que são coletados são continuamente removidos sob pressão através de uma saída superior da vasilha. O líquido claro mais leve se move para o centro da centrífuga e, por fim, para o topo da vasilha, onde ele também é descarregado sob pressão. A taxa de fluxo de ambas correntes é governada pela queda de pressão através da centrífuga. Manipulando-se a queda de pressão através do fluido de densidade mais alta, é possível regular a % de sólidos e viscosidade do fluido de densidade mais baixa para alcançar uma operação de separação contínua.

A velocidade de entrada da composição de distribuição de agente de benefício (determinada dividindo-se a taxa de fluxo volumétrica da composição de distribuição de agente de benefício pela área transversal do tubo de fluxo) pode ser 0,2 a 5 metros por segundo, de 0,5 a 5 metros por segundo, de 1 a 4 metros por segundo ou de 2 a 3 metros por segundo. A pressão de entrada para o hidrociclone ou centrífuga de pilha de discos pode ser 70 kPa manométrico (10 psig) a 827,4 kPa manométrico (120 psig), de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a 551,6 kPa manométrico (80 psig), de 275,8 kPa manométrico (40 psig) a 413,7 kPa manométrico (60 psig). O fundo do hidrociclone é exposto à pressão atmosférica, e esta saída coleta os particulados de alta densidade e fase em massa. A pressão de saída no topo do ciclone pode ser manipulada para alcançar a medida certa de separação do fluido em massa de alta densidade e particulados das partículas de distribuição de agente de benefício desejadas. Em uma centrífuga de pilha de discos, a fase de fluido de baixa densidade é coletada à pressão atmosférica, ao passo que a pressão na fase de fluido de densidade mais alta é manipulada para alcançar a separação de fase desejada. Preferivelmente, existe pelo menos uma diferença de pressão entre a entrada e a saída da centrífuga, por exemplo, um hidrociclone, de 20,7 a 344,7 kPa manométrico (3 a 50 psig), de 34,5 a 275,8 kPa manométrico (5 a 40 psig), de 67 a 206,9 kPa manométrico (10 a 30 psig), de 67 a 137,9 kPa manométrico (10 a 20 psig). Subsequente diluição da composição de distribuição de agente de benefício concentrada pode ser aplicada antes de um segundo ciclo de centrifugação contínua. Múltiplos ciclos resultam em pureza aumentada da composição de distribuição de agente de benefício. Opcionalmente, a composição de distribuição de agente de benefício pode ser diluída com adição de materiais de processamento após o ciclo final de centrifugação, a fim de tornar a composição de distribuição de agente de benefício transportável, manuseável. Tais materiais de processamento incluem, mas não estão limitados a, dispersão e agente de suspensão de composição de distribuição de agente de benefício. Tal equipamento de processo está disponível por Alfa-Lavel (Warminster, PA, EUA), Andritz Bird (Walpole, MA, EUA), Anhydro Inc. (Olympia Fields, IL, EUA), Contec Centrifuges (San Leandro,

CA, EUA), Barrett Centrifugals (Worcester, MA, EUA), Ferrum (Houston, TX, EUA), KMPT USA Inc (Florence, KY, EUA).

Em um aspecto, a composição de distribuição de agente de benefício é purificada através de um processo de filtração. A composição de distribuição de agente de benefício, opcionalmente diluída para ajustar a fluidez do material, é carregada a uma unidade de filtração por pressão. A unidade de filtração por pressão contém uma membrana através da qual a composição de distribuição de agente de benefício deve ser filtrada. Tal membrana pode ser um material tecido ou não tecido. Polipropileno tecido, poliestireno são exemplos de materiais tecidos. Polipropileno ou poliestireno por sopro em fusão de filamentos contínuos termosoldados são exemplos de materiais não tecidos. O tamanho de poro médio da membrana pode variar de 10 kDa a 30 microns, de 300 kDa a 20 microns, de 0,15 micron a 18 microns, de 5 a 15 microns. O espaço de cabeça da composição de distribuição de agente de benefício pré-carregada é então pressurizado com ar a uma pressão de 34,5 kPa manométrico a 689,5 kPa manométrico (5 psig a 100 psig), de 67 kPa manométrico a 551,6 kPa manométrico (10 psig a 80 psig), de 137,9 kPa manométrico a 413,7 kPa manométrico (20 psig a 60 psig), de 206,9 kPa manométrico a 344,7 kPa manométrico (30 psig a 50 psig). A taxa de remoção da fase de solvente da composição de distribuição de agente de benefício é monitorada. Esta taxa é então dividida pela área de filtro (área total através da qual a composição de distribuição de agente de benefício é filtrada, isto é, a área sobre a qual a membrana é sobreposta para filtração). A fase de solvente é removida a uma taxa de permeado de 0,1 kg/min/pés² a 50 kg/min/pés², de 0,5 kg/min/pés² a 30 kg/min/pés², de 1,0 a 20 kg/min/pés², de 1,5 a 10 kg/min/pés², de 2 a 5 kg/min/pés². Tal equipamento de processo está disponível por Precision Filtration Products (Pennsburg, PA, EUA), Vacudyne, Inc. (Chicago Heights, IL, EUA), Strainrite Companies (Auburn, ME, EUA), Fil-Trek Corporation (Cambridge, Ontario, Canadá), Oberlin Filter Co. (Waukesha, WI, EUA).

Em um aspecto, a composição de distribuição de agente de benefício é purificada através de um processo de filtração contínua. A composição de distribuição de agente de benefício é opcionalmente diluída, e continuamente bombeada através de uma célula de filtração tangencial. A parte da fase de solvente da composição de distribuição de agente de benefício é removida através da membrana como permeado. A célula de filtração compreende uma membrana de microfiltração ou ultrafiltração. O tamanho de poro médio da membrana pode variar de 10 kDa a 30 microns, de 300 kDa a 20 microns, de 0,15 microns a 18 microns, de 5 a 15 microns. A pressão da transmembrana (a média aritmética das pressões antes e após o módulo da membrana menos a pressão do permeado) é uma função da taxa de fluxo da composição de distribuição de agente de benefício, e pode ser otimizada determinando-se a pressão na qual há taxa de fluxo máxima de permeado. A pressão da transmembrana pode ser de 34,5 kPa manométrico a 1034,2 kPa manométrico (5 psig a 150

psig), de 67 kPa manométrico a 689,5 kPa manométrico (10 psig a 100 psig), de 827,4 kPa manométrico a 551,6 kPa manométrico (20 psig a 80 psig), de 206,9 kPa manométrico a 344,7 kPa manométrico (30 psig a 50 psig). A taxa de remoção da fase de solvente da composição de distribuição de agente de benefício é monitorada. Esta taxa é então dividida pela área de filtro total. A fase de solvente é removida a uma taxa de permeado de 0,1 kg/min/pés² a 50 kg/min/pés², de 0,5 kg/min/pés² a 30 kg/min/pés², de 1,0 kg/min/pés² a 20 kg/min/pés², de 1,5 kg/min/pés² a 10 kg/min/pés², de 2 a 5 kg/min/pés². Tal equipamento de processo está disponível por Pall Corporation (East Hills, NY, EUA), GEA Filtration (Hudson, WI, EUA), e Millipore Corporation (Kankakee, IL, EUA).

10 Em um aspecto, a composição de distribuição de agente de benefício é purificada através de um processo de secagem de pulverização. A composição de distribuição de agente de benefício é opcionalmente diluída para alcançar a fluidez desejada do material. A composição é então atomizada através de um bocal centrífugo, um bocal de dois fluidos ou uma combinação dos mesmos em uma câmara de secagem. Fluxo de ar através da câmara
15 é co-corrente ou contra-corrente, preferivelmente co-corrente a uma temperatura de entrada de 100 °C a 280 °C, de 150 a 230 °C, de 180 a 210 °C, de 190 a 200 °C. A composição de distribuição de agente de benefício é atomizada em um tamanho de gotícula de 2 microns a 200 microns, de 10 microns a 150 microns, de 15 microns a 100 microns, de 20 microns a 100 microns, de 30 microns a 80 microns, de 50 microns a 70 microns. As partículas secas
20 são coletadas a partir da câmara de secagem por pulverização através de um ciclone, a uma temperatura de ar de entrada de 50 a 130 °C, de 70 a 120 °C, de 90 a 110 °C, de 95 a 105 °C. Tal equipamento de processo está disponível por GEA Niro Inc. (Columbia, MD, EUA), American Custom Drying (Burlington, NJ, EUA), Spray-Tek Inc. (Middlesex, New Jersey, EUA).

25 Em um aspecto, a composição de distribuição de agente de benefício é purificada através de um processo de decantação. A composição de distribuição de agente de benefício é colocada em um recipiente e deixada envelhecer. Opcionalmente, ar é deixado fluir através da composição de distribuição de agente de benefício para aumentar a taxa de separação de fase. A composição de distribuição de agente de benefício é envelhecida por 0,5
30 hora a 96 horas, de 1 hora a 2 horas, de 3 horas a 48 horas, de 5 horas a 24 horas, de 8 horas a 20 horas, de 10 horas a 16 horas ou até de 12 horas a 16 horas. As partículas de distribuição de agente de benefício separadas em fase são removidas do topo da composição de distribuição de agente de benefício no recipiente. Tal equipamento de processo está disponível por Alfa-Lavel Separation (Warminster, PA, EUA), Braodbent (Fort Worth, TX, EUA), Centrisys Corporation (Kenosha, WI, EUA), Contec Centrifuges (San Leandro, CA, EUA), Flottweg (Vilsbiburg, Alemanha), Decanter Machine (Johnson City, TN, EUA), Jenkins Centrifuge (North Kansas City, MO, EUA), Pennwalt India (Searing Town, NY, EUA).

Em um aspecto, a composição de distribuição de benefício é purificada por separação eletroforética. A composição de distribuição de benefício é opcionalmente diluída e colocada em um receptáculo com placas de anodo e catodo. Em um aspecto, o anodo é posicionado próximo à extremidade inferior do recipiente. O catodo é posicionado próximo ao topo. Um potencial é aplicado. As partículas de casca migram para eletrodos respectivos dependendo da polaridade das partículas de casca. Com cápsulas de formaldeído de uréia, as partículas são vistas migrarem para o catodo.

O catodo é em geral o eletrodo através do qual corrente elétrica flui para fora de um dispositivo elétrico polarizado, ou onde ocorre a redução. Cátion positivamente carregado tende a se mover na direção do catodo, e na localização onde ocorre oxidação. O anodo tende a atrair ânions. Partículas de troca catiônica tendem a migrar para o catodo.

Para separação eletroforética, um potencial elétrico é aplicado entre os eletrodos, tal como com uma pilha seca ou outra fonte de voltagem.

Por exemplo, uma pasta fluida em cápsula, a 10% de sólidos pode ser colocada em uma proveta usando um anodo de cobre e uma placa de catodo. Uma carga de 6 volt é aplicada através das placas usando uma bateria de lanterna de 6 volt. As cápsulas são vistas migrarem para o catodo em menos de 20 minutos.

Em um aspecto alternado, a separação eletroforética pode ser usada sozinha ou combinada com qualquer dos processos de centrifugação, filtração, troca de solvente, evaporação instantânea, decantação, separação por flutuação, secagem por pulverização, absorção reativa, adsorção reativa e combinações dos mesmos.

A pasta fluida em cápsula foi avaliada como tendo um potencial zeta de mais do que 60, e, portanto, em geral uma emulsão estável. Aplicando-se um campo elétrico ou magnético de potencial suficiente, as partículas coloidais podem ser feitas para coagulação ou floculação em um dos eletrodos.

A separação eletroforética pode ser aplicada em um processo de batelada ou contínuo.

ENCAPSULADOS

Encapsulados adequados podem ser feitos através dos ensinamentos aqui ou adquiridos de Firmenich (Geneva, Suíça), Givaudan (Argenteuil, França), IFF (Hazlet, New Jersey EUA), BASF (Ludwigshafen, Alemanha), Cognis (Monheim, Alemanha), Syngenta (Alemanha), Ciba (Basel, Suíça), Rhodia Chimie (Lyon, França), Appleton Papers (Appleton, Wisconsin, EUA), Aveka (Minneapolis, Minnesota, EUA), R.T. Dodge (Dayton, Ohio, EUA). Os materiais da parede de encapsulados úteis podem compreender materiais selecionados a partir do grupo que consiste em polietilenos, poliamidas, poliestirenos, poliisoprenos, policarbonatos, poliésteres, poliacrilatos, poliuréis, poliuretanos, poliolefinas, polissacarídeos, resinas epóxi, polímeros de vinila e misturas dos mesmos. Em um aspecto, materiais de

parede úteis incluem materiais que são suficientemente impenetráveis para o material de núcleo e os materiais no ambiente em que o agente de benefício encapsulado será empregado, para permitir que o benefício da distribuição seja obtido. Materiais de parede impenetráveis adequados selecionados a partir do grupo que consiste em produtos reacionais de uma ou mais aminas com um ou mais aldeídos, como uréia reticulada com formaldeído, gluteraldeído, melamina reticulada com formaldeído; coacervados de gelatina-polifosfato opcionalmente reticulados com gluteraldeído; coacervados de gelatina-goma arábica; fluidos de silicone reticulados; poliamina reagida com poliisocianatos e misturas dos mesmos. Em um aspecto, o material de parede compreende melamina reticulada com formaldeído.

5
10 O núcleo do agente de benefício encapsulado pode compreender matérias-primas de perfume, óleos de silicone, ceras, hidrocarbonetos, ácidos graxos superiores, óleos essenciais, lipídios, refrigerantes da pele, vitaminas, filtros solares, antioxidantes, glicerina, catalisadores, partículas alvejantes, partículas de dióxido de silicone, agentes redutores de mau cheiro, materiais controladores de mau cheiro, agentes quelantes, agentes antiestáticos, agentes amaciantes, agentes repelentes de insetos e traça, colorações, antioxidantes, 15 quelantes, agentes para o corpo, agentes de controle de dobra e forma, agentes suavizantes, agentes de controle de rugas, agentes de sanitização, agentes desinfetantes, agentes de controle de germe, agentes de controle de mofo, agentes de controle de bolor, agentes antivirais, agentes secantes, agentes de resistência a tintura, agentes de liberação de sujeira, agentes refrescantes de tecidos e agentes prolongadores do frescor, agentes de controle 20 de cheiro de alvejante cloro, fixadores de tintura, inibidores de transferência de tintura, agentes de manutenção da cor, abrilhantadores óticos, agentes de restauração da cor/rejuvenescimento, agentes antifadiga, melhoradores da brancura, agente antiabrasão, agentes de resistência a desgaste, agentes de integridade de tecido, agentes antidesgaste, 25 agentes auxiliares químicos (anti-pilling agents), desespumantes e agentes antiespumantes, agentes de proteção contra UV para tecidos e pele, inibidores do desbotamento solar, agentes antialergênicos, enzimas, agentes à prova d'água, agentes de conforto de tecidos, agentes de resistência contra encolhimento, agentes de resistência contra estiramento, agentes de recuperação da elasticidade, agentes de cuidado da pele, glicerina e ativos naturais como Aloe-Vera, vitamina E, manteiga SHEA, manteiga de cacau e similares, abrilhantadores, 30 ativos antibacterianos, ativos antitranspirantes, polímeros catiônicos e misturas dos mesmos. Em um aspecto, a dita matéria-prima de perfume é selecionada a partir do grupo que consiste em álcoois, cetonas, aldeídos, ésteres, éteres, alquenos de nitrila. Em um aspecto, o material de núcleo pode compreender um perfume. Em um aspecto, o dito perfume pode 35 compreender matérias-primas de perfume selecionadas a partir do grupo que consiste em álcoois, cetonas, aldeídos, ésteres, éteres, alquenos de nitrila e misturas dos mesmos. Em um aspecto, o dito perfume pode compreender uma matéria-prima de perfume selecionada

a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume tendo um ponto de ebulição (P.E.) inferior a cerca de 250 °C e um ClogP inferior a cerca de 3, matérias-primas de perfume tendo um P.E. superior a cerca de 250 °C e um ClogP superior a cerca de 3, matérias-primas de perfume tendo um P.E. superior a cerca de 250 °C e um ClogP inferior a cerca de 3, 5 matérias-primas de perfume tendo um P.E. inferior a cerca de 250 °C e um ClogP superior a cerca de 3 e misturas dos mesmos. Matérias-primas de perfume tendo um ponto de ebulição P.E. inferior a cerca de 250 °C e um ClogP inferior a cerca de 3 são conhecidas como matérias-primas de perfume do quadrante I, matérias-primas tendo um P.E. superior a cerca de 250 °C e um ClogP superior a cerca de 3 são conhecidas como matérias-primas de perfume do Quadrante IV, 10 matérias-primas de perfume tendo um P.E. superior a cerca de 250 °C e um ClogP inferior a cerca de 3 são conhecidas como matérias-primas de perfume do Quadrante II, matérias-primas de perfume tendo um P.E. inferior a cerca de 250 °C e um ClogP superior a cerca de 3 são conhecidas como matérias-primas de perfume do Quadrante III. Em um aspecto, o dito perfume compreende uma matéria-prima de perfume tendo um P.E. 15 inferior a cerca de 250 °C. Em um aspecto, o dito perfume pode compreender uma matéria-prima de perfume selecionada a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II, III e misturas das mesmas. Em um aspecto, o dito perfume compreende uma matéria-prima de perfume do Quadrante III. Matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II, III adequadas estão descritas na Patente US 6.869.923 B1.

20 Em um aspecto, o dito perfume pode compreender uma matéria-prima de perfume do Quadrante IV. Embora não estando vinculado à teoria, acredita-se que tais matérias-primas de perfume do Quadrante IV podem melhorar o "equilíbrio" do cheiro do perfume. O dito perfume pode compreender, com base no peso total do perfume, menos do que cerca de 30%, menos do que cerca de 20% ou até menos do que cerca de 15% da matéria-prima 25 de perfume do Quadrante IV.

As matérias-primas de perfume e acordes podem ser obtidos a partir de uma ou mais das empresas a seguir: Firmenich (Geneva, Suíça), Givaudan (Argenteuil, França), IFF (Hazlet, NJ), Quest (Mount Olive, NJ), Bedoukian (Danbury, CT), Sigma Aldrich (St. Louis, MO), Millennium Specialty Chemicals (Olympia Fields, IL), Polarone International (Jersey 30 City, NJ), Fragrance Resources (Keyport, NJ) e Aroma & Flavor Specialties (Danbury, CT).

PROCESSO PARA FABRICAR AGENTES DE BENEFÍCIO ENCAPSULADOS

Os agentes de benefício encapsulados empregados aqui podem ser fabricados através dos ensinamentos de USP 6.592.990 B2 e/ou USP 6.544.926 B1 e os exemplos descritos aqui.

35 Emulsificantes aniônicos são tipicamente usados durante o processo de encapsulamento para emulsificar o agente de benefício antes da formação da microcápsula. Embora não estando vinculado à teoria, acredita-se que os materiais aniônicos interagem adversa-

mente com os ativos tensoativos catiônicos que são muitas vezes encontrados em composições como composições para cuidado de tecidos – isto pode proporcionar uma agregação esteticamente desagradável de partículas que são empregadas na dita composição. Além da estética inaceitável, tais agregados podem resultar em rápida separação de fase das partículas da fase em massa. Os depositantes descobriram que tais agregados podem ser evitados pela adição de determinados materiais inibidores de agregados incluindo materiais selecionados a partir do grupo que consiste em sais, polímeros e misturas dos mesmos. Materiais inibidores de agregados úteis incluem sais bivalentes como sais de magnésio, por exemplo, cloreto de magnésio, acetato de magnésio, fosfato de magnésio, formiato de magnésio, brometo de magnésio, titanato de magnésio, heptahidrato de sulfato de magnésio; sais de cálcio, por exemplo, cloreto de cálcio, formiato de cálcio, acetato de cálcio, brometo de cálcio; sais trivalentes, como sais de alumínio, por exemplo, sulfato de alumínio, fosfato de alumínio, n-hidrato de cloreto de alumínio e polímeros com a capacidade de suspender partículas aniônicas como polímeros de suspensão de sujeira, por exemplo, iminas de polietileno, iminas de polietileno alcoiladas, poli-quaternário-6 e poli-quaternário-7, goma xantano, goma gelano, goma carragenina, carboximetil celulose e misturas dos mesmos.

Em um aspecto da invenção, agentes de benefício encapsulados são produzidos e são subsequentemente revestidos com um material para reduzir a taxa de fuga do agente de benefício a partir das partículas quando as partículas são submetidas a um ambiente em massa contendo, por exemplo, tensoativos, polímeros e solventes. Exemplos não limitantes de materiais de revestimento que podem servir como materiais de barreira incluem materiais selecionados a partir do grupo que consiste em homopolímero de polivinil pirrolidona e seus diversos copolímeros com estireno, acetato de vinila, imidazil, monômeros contendo amina primária e secundária, acrilato de metila, polivinil acetal, anidrido maléico; homopolímero de álcool polivinílico, e seus diversos copolímeros com acetato de vinila, sulfonato de 2-acrilamida-2-metilpropano, monômeros contendo amina primária e secundária, imidazóis, acrilato de metila; poliacrilamidas; ácidos poliacrílicos; ceras microcristalinas; ceras de parafina; polissacarídeos modificados como milho ceroso ou amido de milho dentado, amidos succinados de octenila, amidos derivatizados como amidos hidroxietilados ou hidroxipropilados, carragenina, goma guar, pectina, goma xantano; celulosas modificadas como acetato de celulose hidrolisado, hidróxi propil celulose, metil celulose e similares; proteínas modificadas como gelatina; polialquenos hidrogenados e não hidrogenados; ácidos graxos; cascas endurecidas como uréia reticulada com formaldeído, gelatina-polifosfato, melamina-formaldeído, álcool polivinílico reticulado com tetraborato de sódio ou gluteraldeído; látex de estireno-butadieno, etil celulose, materiais inorgânicos como argilas, incluindo silicatos de magnésio, aluminossilicatos; silicatos de sódio e similares; e misturas dos mesmos. Tais materiais podem ser obtidos de CP Kelco Corp. de San Diego, Califórnia, EUA; Degussa AG

ou Dusseldorf, Alemanha; BASF AG de Ludwigshafen, Alemanha; Rhodia Corp. de Cranbury, New Jersey, EUA; Baker Hughes Corp. de Houston, Texas, EUA; Hercules Corp. de Wilmington, Delaware, EUA; Agrium Inc. de Calgary, Alberta, Canadá, ISP de New Jersey EUA.

5 Equipamento adequado para uso nos processos descritos aqui pode incluir reatores de tanque de agitação contínua, homogeneizadores, agitadores de turbina, bombas de recirculação, misturadores de pás, misturadores de arados, misturadores de fita, granuladores de eixo vertical e misturadores de tambor, ambos em batelada e, onde disponível, em configurações de processo contínuo, secadores por pulverização e extrusores. Tal equipamento
10 pode ser obtido de Lodige GmbH (Paderborn, Alemanha), Littleford Day, Inc. (Florence, Kentucky, EUA), Forberg AS (Larvik, Noruega), Glatt Ingenieurtechnik GmbH (Weimar, Alemanha), Niro (Soeborg, Dinamarca), Hosokawa Bepex Corp. (Minneapolis, Minnesota, EUA), Arde Barinco (New Jersey, EUA).

SEQUESTRO DE FORMALDEÍDO

15 Em um aspecto, agente de benefício encapsulado pode ser combinado com um sequestrante de formaldeído. Em um aspecto, agente de benefício encapsulado pode compreender o agente de benefício encapsulado da presente invenção. Sequestrantes de formaldeído adequados incluem materiais selecionados a partir do grupo que consiste em bissulfeto de sódio, uréia, etileno uréia, cisteína, cisteamina, lisina, glicina, serina, carnosina, histidina,
20 glutatona, ácido 3,4-diaminobenzoico, alantoina, glicolurila, ácido antranílico, antranilato de metila, 4-aminobenzoato de metila, acetoacetato de etila, acetoacetamida, malonamida, ácido ascórbico, dímero de 1,3-dihidroxiacetona, biureto, oxamida, benzoguanamina, ácido piroglutâmico, pirogalol, galato de metila, galato de etila, galato de propila, trietanol amina, succinamida, tiabendazol, benzotriazol, triazol, indolina, ácido sulfanílico, oxamida, sorbitol,
25 glicose, celulose, álcool poli(vinílico), poli(vinilformamida parcialmente hidrolisada, poli(vinil amina), poli(etileno imina), poli(oxialquilenammina), álcool poli(vinílico)-co-poli(vinil amina), poli(etileno imina), poli(oxialquilenammina), álcool poli(vinílico)-co-poli(vinil amina), poli(4-aminoestireno), poli(l-lisina), quitosana, hexano diol, etilenodiamina-N,N'-bisacetoacetamida, N-(2-etilhexil)acetoacetamida, 2-benzoilacetoacetamida, N-(3-fenilpropil)acetoacetamida,
30 lillal, helional, melonal, triplal, 5,5-dimetil-1,3-ciclohexanodiona, 2,4-dimetil-3-ciclohexenocarboxaldeído, 2,2-dimetil-1,3-dioxan-4,6-diona, 2-pentanona, dibutil amina, trietilenotetramina, hidróxido de amônio, benzilamina, hidroxicitronelol, ciclohexanona, 2-butanona, pentano diona, ácido dehidroacético ou uma mistura dos mesmos. Esses sequestrantes de formaldeído podem ser obtidos de Sigma/ Aldrich/Fluka de St. Louis, MO. EUA ou
35 PolySciences, Inc. de Warrington, PA, EUA.

Em um aspecto, resinas que são insolúveis na composição de distribuição de agente de benefício são modificadas na superfície com tais sequestrantes de formaldeído. Tipi-

camente, esferas poliméricas de 50 microns a 5000 microns, de 100 microns a 4500 microns, de 200 microns a 3500 microns, de 500 microns a 2000 microns, de 800 microns a 1500 microns são modificadas na superfície com materiais sequestrantes de formaldeído. Tais resinas modificadas na superfície são incorporadas à composição de distribuição de agente de benefício e deixadas sequestrar formaldeído. Tipicamente, a temperatura da composição de distribuição de agente de benefício é ajustada para 20 a 110 °C, de 30 a 90 °C, de 40 a 80 °C, de 50 a 80 °C, de 60 a 80 °C. Tais sequestrantes de formaldeído são deixados sequestrar formaldeído da composição de distribuição de agente de benefício por 5 a 500 minutos, de 10 a 400 minutos, de 15 a 300 minutos, de 20 a 200 minutos, de 30 a 120 minutos, de 30 a 60 minutos. Subsequentemente, as resinas insolúveis são removidas da composição de distribuição de agente de benefício através de um processo de filtração, para render uma composição de distribuição de agente de benefício livre de resina polimérica. Exemplos de tais resinas incluem, mas não estão limitadas a, poliestireno aminoetilado, dietilenotriamina ligada a polímero, p-toluenosulfonilhidrazina ligada a polímero. Tais materiais estão disponíveis por Aldrich (Milwaukee, WI, USA). Resinas sequestrantes comerciais com marcas registradas ScavengePore(R), Argopore(R)- NH2-L, JandaJel-NH2, Stratospheres PL-AMS também estão disponíveis por Aldrich (Milwaukee, WI, EUA).

Tais sequestrantes de formaldeído são tipicamente combinados com uma pasta fluida contendo a dita partícula de distribuição de agente de benefício, a um nível, com base no peso total da pasta fluida, de cerca de 2% por peso a cerca de 18% por peso, de cerca de 3,5% por peso a cerca de 14% por peso ou até de cerca de 5% por peso a cerca de 13% por peso.

Em um aspecto, tais sequestrantes de formaldeído podem ser combinados com um produto contendo uma partícula de distribuição de agente de benefício, os ditos sequestrantes sendo combinados com o dito produto a um nível, com base no peso total do produto, de cerca de 0,005% a cerca de 0,8%, alternativamente de cerca de 0,03% a cerca de 0,5%, alternativamente de cerca de 0,065% a cerca de 0,25% da formulação do produto.

Em outro aspecto, tais sequestrantes de formaldeído podem ser combinados com uma pasta fluida contendo o dito agente de benefício encapsulado, a um nível, com base no peso total da pasta fluida, de cerca de 2% por peso a cerca de 14% por peso, de cerca de 3,5% por peso a cerca de 14% por peso ou até de cerca de 5% por peso a cerca de 14% por peso e a dita pasta fluida pode ser adicionada a uma matriz de produto, cuja adição de um sequestrante idêntico ou diferente pode ser a um nível, com base no peso total do produto, de cerca de 0,005% a cerca de 0,5%, alternativamente de cerca de 0,01% a cerca de 0,25%, alternativamente de cerca de 0,05% a cerca de 0,15% da formulação do produto.

Em um aspecto, um ou mais dos sequestrantes de formaldeído acima mencionados podem ser combinados com um produto de consumo contendo um agente de benefício en-

capsulado a um nível, com base no peso total do produto líquido melhorador de tecido, de 0,005% a cerca de 0,8%, alternativamente de cerca de 0,03% a cerca de 0,4%, alternativamente de cerca de 0,06% a cerca de 0,25% da formulação do produto.

5 Em um aspecto, tais sequestrantes de formaldeído podem ser combinados com um produto detergente líquido para lavanderia contendo uma partícula de distribuição de agente de benefício, os ditos sequestrantes sendo selecionados a partir do grupo que consiste em bissulfeto de sódio, uréia, etileno uréia, cisteína, cisteamina, lisina, glicina, serina, carnosina, histidina, glutatona, ácido 3,4-diaminobenzoico, alantoína, glicolurila, ácido antranílico, antranilato de metila, 4-aminobenzoato de metila, acetoacetato de etila, acetoacetamida, malonamida, ácido ascórbico, dímero de 1,3-dihidroxiacetona, biureto, oxamida, benzoguanamina, ácido piroglutâmico, pirogalol, galato de metila, galato de etila, galato de propila, trietanol amina, succinamida, tiabendazol, benzotriazol, triazol, indolina, ácido sulfanílico, oxamida, sorbitol, glicose, celulose, álcool poli(vinílico), poli(vinilformamida) hidrolisada, poli(vinil amina), poli(etileno imina), poli(oxialquilenamina), álcool poli(vinílico)-co-poli(vinil amina), poli(4-aminoestireno), poli(l-lisina), quitosana, hexano diol, etilenodiamina-N,N'-bisacetoacetamida, N-(2-etilhexil)acetoacetamida, 2-benzoilacetoacetamida, N-(3-fenilpropil)acetoacetamida, lialial, helional, melonal, triplal, 5,5-dimetil-1,3-ciclohexanodiona, 2,4-dimetil-3-ciclohexenocarboxaldeído, 2,2-dimetil-1,3-dioxan-4,6-diona, 2-pentanona, dibutil amina, trietilenotetramina, hidróxido de amônio, benzilamina, hidroxicitronelol, ciclohexanona, 2-butanona, pentano diona, ácido dehidroacético e misturas dos mesmos, e combinados com a dito produto detergente líquido para lavanderia a um nível, com base no peso total do produto detergente líquido, de cerca de 0,003% por peso a cerca de 0,20% por peso, de cerca de 0,03% por peso a cerca de 0,20% por peso ou até de cerca de 0,06% por peso a cerca de 0,14% por peso.

25 Em um aspecto, tais sequestrantes de formaldeído podem ser combinados com um produto condicionador para cabelos contendo uma partícula de distribuição de agente de benefício, a um nível, com base no peso total do produto condicionador de cabelos, de cerca de 0,003% por peso a cerca de 0,30% por peso, de cerca de 0,03% por peso a cerca de 0,20% por peso ou até de cerca de 0,06% por peso a cerca de 0,14% por peso, a dita seleção de sequestrantes sendo idêntica à lista de sequestrantes no parágrafo anterior referente a um produto detergente líquido para lavanderia.

COMPOSIÇÕES COMPREENDENDO COMPOSIÇÕES DE DISTRIBUIÇÃO DE AGENTE DE BENEFÍCIO

35 Em um aspecto, um produto de consumo compreendendo a composição de distribuição de agente de benefício conforme descrita em qualquer um dos diversos aspectos do produto estabelecido aqui e um produto de consumo complementar é descrito. Em um aspecto, o dito produto de consumo complementar é selecionado a partir do grupo que consis-

te em polímeros, por exemplo, polímeros catiônicos, tensoativos, construtores, agentes que-
lantes, agentes inibidores de transferência de tintura, dispersantes, enzimas e estabilizantes
de enzima, materiais catalíticos, ativadores alvejantes, agentes de dispersão poliméricos,
agentes de anti-redeposição/remoção de sujeira e terra, abrillantadores, supressores de
5 espuma, tinturas, perfume adicional e sistemas de distribuição de perfume, agentes que dão
elasticidade à estrutura, amaciantes de tecidos, veículos, hidrôtopos, auxiliares de proces-
samento e/ou pigmentos e misturas dos mesmos.

Em um aspecto, o dito produto de consumo pode compreender, com base no peso
total do produto de consumo, de cerca de 0,1% a cerca de 20%, de cerca de 0,2% a cerca
10 de 15%, de cerca de 0,3% a cerca de 10%, de cerca de 0,4% a cerca de 8% ou até de cerca
de 0,5% a cerca de 5% de qualquer das composições de distribuição de agente de benefício
descritas na presente relatório descritivo.

Em um aspecto, uma composição que pode compreender qualquer das composi-
ções de distribuição de agente de benefício do presente relatório descritivo e um material
15 selecionado a partir do grupo que consiste em tinturas; perfume; abrillantadores óticos; au-
xiliares de deposição; e misturas dos mesmos.

Em um aspecto, um produto de consumo que pode compreender, com base no pe-
so total do produto de consumo:

a.) de cerca de 0,1% a cerca de 5%, agente de benefício encapsulado, o dito agen-
20 te de benefício compreendendo uma resina amino;

1. de cerca de 1 ppm a cerca de 150 ppm, de cerca de 1 ppm a cerca de 100 ppm,
de cerca de 1 ppm a cerca de 50 ppm de formaldeído ou até de cerca de 1 ppm a cerca de
10 ppm; e

2. menos do que de cerca de 0,3% por peso, menos do que cerca de 0,1% por pe-
25 so, menos do que cerca de 0,01% por peso, de menos do que cerca de 0,01% por peso a
cerca de 0,0001% por peso de sequestrante de formaldeído com base no peso total do pro-
duto de consumo é descrito.

Em um aspecto, os ditos produtos de consumo podem ser um pó, grânulo ou outro
detergente essencialmente seco.

30 Aspectos da invenção incluem o uso da composição de distribuição de agente de
benefício da presente invenção em composições detergentes para lavanderia (por exemplo,
TIDE®), limpadores de superfícies duras (por exemplo, MR CLEAN®), líquidos para lava-
gem automática de louças (por exemplo, CASCADE®) e limpadores de pisos (por exemplo,
SWIFFER®). Exemplos não-limitantes e composições de limpeza podem incluir aquelas
35 descritas nas patentes US nºs 4.515.705; 4.537.706; 4.537.707; 4.550.862; 4.561.998;
4.597.898; 4.968.451; 5.565.145; 5.929.022; 6.294.514 e 6.376.445. As composições de
limpeza descritas aqui são tipicamente formuladas de modo que, durante o uso em opera-

ções de limpeza aquosa, a água de lavagem terá um pH entre cerca de 6,5 e cerca de 12, ou entre cerca de 7,5 e 10,5. Formulações de produto líquido para lavagem de louça tipicamente têm um pH entre cerca de 6,8 e cerca de 9,0. Produtos de limpeza são tipicamente formulados para ter um pH de cerca de 7 a cerca de 12. Técnicas para controle de pH em

5 níveis de uso recomendados incluem o uso de tampões, álcalis, ácidos, etc., e são bem conhecidas para aqueles versados na técnica.

MÉTODO DE USO

Em um aspecto, um método de tratar e/ou limpar um local é descrito. Tal método pode compreender opcionalmente lavar e/ou enxaguar tal local; contatar o dito local unicamente com qualquer composição de distribuição de agente de benefício ou combinação da

10 mesma descrita no presente relatório descritivo; e opcionalmente lavar e/ou enxaguar o dito local.

Em um aspecto, um local tratado de acordo com tal método é descrito.

MATERIAIS COMPLEMENTARES

Embora não essenciais para as finalidades da presente invenção, a lista não-limitante de complementos ilustrada a seguir é adequada para uso nas composições em questão e pode ser desejavelmente incorporada em certas modalidades da invenção, por exemplo, para auxiliar ou aumentar o desempenho, para tratamento do substrato a ser limpo, ou para modificar a estética da composição como é o caso com perfumes, colorações, tinturas ou similares. Entende-se que tais complementos são em adição aos componentes que são fornecidos através do aglomerado/partícula dos depositantes. A natureza exata desses componentes adicionais, e níveis de incorporação dos mesmos, irá depender da forma física da composição e da natureza da operação para a qual ele deve ser usada. Materiais complementares adequados incluem, mas não estão limitados a, polímeros, por exemplo, polímeros catiônicos, tensoativos, construtores, agentes quelantes, agentes inibidores de transferência de tintura, dispersantes, enzimas e estabilizantes de enzimas, materiais catalíticos, ativadores alvejantes, agentes de dispersão poliméricos, antes anti-redeposição/remoção de sujeira e terra, abrilhantadores, supressores de espuma, tinturas, perfume adicional e sistemas de distribuição de perfume, agentes que dão elasticidade à

15

20

25

30

estrutura, amaciantes de tecidos, veículos, hidrótopos, auxiliares de processamento e/ou pigmentos. Além da descrição abaixo, exemplos adequados de tais outros complementos e níveis de uso são encontrados nas Patentes US nºs. 5.576.282, 6.306.812 B1 e 6.326.348 B1 que são incorporadas aqui por referência.

Conforme afirmado, os ingredientes complementares não são essenciais para as

35 composições de limpeza e cuidado de tecidos dos Depositantes. Assim, certas modalidades das composições dos depositantes não contêm um ou mais dos materiais complementares a seguir: ativadores alvejantes, tensoativos, construtores, agentes quelantes, agentes inibi-

dores de transferência de tintura, dispersantes, enzimas e estabilizantes de enzimas, complexos de metal catalítico, agentes de dispersão poliméricos, agentes anti-redeposição/remoção de sujeira e terra, abrillantadores, supressores de espuma, tinturas, perfumes adicionais e sistemas de distribuição de perfume, agentes que dão elasticidade à

5 estrutura, amaciantes de tecidos, veículos, hidrótopos, auxiliares de processamento e/ou pigmentos. Entretanto, quando um ou mais complementos estão presentes, tais um ou mais complementos podem estar presentes conforme detalhado abaixo:

Tensoativos – As composições de acordo com a presente invenção podem compreender um tensoativo ou sistema tensoativo em que o tensoativo pode ser selecionado a

10 partir de tensoativos não-iônicos e/ou aniônicos e/ou catiônicos e/ou tensoativos anfólicos e/ou zwitteriônicos e/ou não-iônicos semipolares. O tensoativo está tipicamente presente em um nível de cerca de 0,1%, de cerca de 1% ou até de cerca de 5% por peso da composição de limpeza a cerca de 99,9%, a cerca de 80%, a cerca de 35% ou até a cerca de 30% por peso das composições de limpeza.

15 Construtores – As composições da presente invenção podem compreender um ou mais construtores detergentes ou sistemas de construção. Quando presentes, as composições irão tipicamente compreender pelo menos cerca de 1% de builder, ou de cerca de 5% ou 10% a cerca de 80%, 50% ou até 30% por peso do dito builder. Construtores incluem, mas não estão limitados a, os sais de metal alcalino, amônio e alcanolamônio de polifosfatos, silicatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino e alcalino-terroso, compostos de policarboxilato construtores de aluminossilicato, éter hidroxipolicarboxilatos, copolímeros de anidrido maléico com etileno ou vinil metil éter, ácido 1,3,5-trihidroxibenzeno-2,4,6-

20 trissulfônico e ácido carboximetil-oxissuccínico, os diversos sais de metal alcalino, amônio e amônio substituído de ácidos poliacéticos, como ácido etilenodiamina tetraacético e ácido nitrilotriacético, assim como policarboxilatos como ácido melítico, ácido succínico, ácido oxidissuccínico, ácido polimaléico, ácido benzeno 1,3,5-tricarboxílico, ácido carboximetiloxissuccínico e sais solúveis dos mesmos.

Agentes Quelantes – As composições aqui também podem opcionalmente conter um ou mais agentes quelantes de cobre, ferro e/ou manganês. Se utilizados, os agentes

30 quelantes irão em geral compreender de cerca de 0,1% por peso das composições aqui a cerca de 15%, ou até de cerca de 3,0% a cerca de 15% por peso das composições aqui.

Agentes Inibidores de Transferência de Tintura – As composições da presente invenção também podem incluir um ou mais agentes inibidores de transferência de tintura. Agentes inibidores de transferência de tintura poliméricos adequados incluem, mas não

35 são limitados a, polímeros de polivinilpirrolidona, polímeros de N-óxido de poliamina, copolímeros de N-vinilpirrolidona e N-vinilimidazol, poliviniloxazolidonas e polivinilimidazóis ou misturas dos mesmos. Quando presentes nas composições aqui, os agentes inibidores de

transferência de tintura estão presentes em níveis de cerca de 0,0001%, de cerca de 0,01%, de cerca de 0,05% por peso das composições de limpeza a cerca de 10%, cerca de 2% ou até cerca de 1% por peso das composições de limpeza.

5 Dispersantes – As composições da presente invenção também podem conter dispersantes. Materiais orgânicos solúveis em água adequados são os ácidos homo e copolímericos ou seus sais, em que o ácido policarboxílico pode compreender pelo menos dois radicais carboxila separados em do outro por não mais do que dois átomos de carbono.

10 Enzimas – As composições podem compreender uma ou mais enzimas detergentes que proporcionam benefícios de desempenho de limpeza e/ou cuidado de tecidos. Exemplos de enzimas adequadas incluem, mas não estão limitadas a, hemicelulases, peroxidases, proteases, celulases, xilanases, lipases, fosfolipases, esterases, cutinases, pectinases, queratanases, redutases, oxidases, fenoloxidases, lipoxigenases, ligninases, pululanases, tanases, pentosanases, malanases, β -glucanases, arabinosidases, hialuronidase, condroitinase, lacase e amilases ou misturas das mesmas. Uma combinação típica é um coquetel
15 de enzimas aplicáveis convencionais como protease, lipase, cutinase e/ou celulase em conjunto com amilase.

Estabilizantes de enzimas – Enzimas para uso em composições, por exemplo, detergentes podem ser estabilizadas por diversas técnicas. As enzimas empregadas aqui podem ser estabilizadas pela presença de fontes solúveis em água de íons de cálcio e/ou
20 magnésio nas composições finalizadas que proporcionam tais íons às enzimas.

Complexos de Metal Catalítico – As composições dos depositantes podem incluir complexos de metal catalítico. Um tipo de catalisador de alvejante contendo metal é um sistema de catalisador compreendendo um cátion de metal de transição de atividade catalítica de alvejante definida, como cátions de cobre, ferro, titânio, rutênio, tungstênio, molibdênio ou
25 manganês, um cátion de metal auxiliar tendo pouca ou nenhuma atividade catalítica de alvejante, como cátions de zinco ou alumínio, e um sequestrante tendo constantes de estabilidade definidas para os cátions de metal catalíticos e auxiliares, particularmente ácido etilenodiaminatetraacético, etilenodiaminatetra (ácido metil-enefosfônico) e sais solúveis em água dos mesmos. Tais catalisadores estão descritos na patente US 4.430.243.

30 Se desejado, as composições aqui podem ser estabilizadas por meio de um composto de manganês. Tais compostos e níveis de uso são bem conhecidos na técnica e incluem, por exemplo, os catalisadores à base de manganês descritos na patente US 5.576.282.

Catalisadores de alvejantes de cobalto úteis aqui são conhecidos, e são descritos, por exemplo, nas patentes US 5.597.936 e 5.595.967. Tais catalisadores de cobalto são facilmente preparados através de procedimentos conhecidos, como ensinado, por exemplo, nas patentes US 5.597.936 e 5.595.967.

As composições aqui também podem adequadamente incluir um complexo de metal de transição de um ligante rígido macropolicíclico – abreviado como “MRL”. De maneira prática, e não como limitação, as composições e processos de limpeza aqui podem ser ajustados para proporcionar na ordem de pelo menos uma parte por cem milhões das espécies

5 MRL de agente de benefício no meio de lavagem aquoso, e pode proporcionar de cerca de 0,005 ppm a cerca de 25 ppm, de cerca de 0,05 ppm a cerca de 10 ppm, ou até de cerca de 0,1 ppm a cerca de 5 ppm, do MRL no licor de lavagem.

Metais de transição preferidos no catalisador de alvejante de metal de transição em questão incluem manganês, ferro e cromo. MRLs preferidos aqui são um tipo especial de

10 ligante ultra-rígido que é formado em ponte cruzada como 5,12-dietil-1,5,8,12-tetraazabicyclo[6.6.2]hexadecano.

MRLs de metal de transição adequados são facilmente preparados através de procedimentos conhecidos, como ensinados, por exemplo, na WO/00/32601 e na patente US 6,225,464.

15 PROCESSOS PARA FABRICAR E USAR COMPOSIÇÕES

As composições da presente invenção podem ser formuladas em qualquer forma adequada e preparadas através de qualquer processo escolhido pelo formulador, exemplos não-limitantes dos quais estão descritos em U.S. 5,879,584; U.S. 5,691,297; U.S. 5,574,005; U.S. 5,569,645; U.S. 5,565,422; U.S. 5,516,448; U.S. 5,489,392; U.S. 5,486,303, todas as

20 quais são aqui incorporadas por referência.

METODO DE USO

Composições contendo o agente de benefício encapsulado descrito aqui podem ser usadas para limpar ou tratar um local, entre outros, uma superfície ou tecido. Tipicamente, pelo menos uma parte do local é contatada com uma modalidade da composição dos depo-

25 sitantes, em forma pura ou diluída em um licor, por exemplo, um licor de lavagem, e então o local pode ser opcionalmente lavado e/ou enxaguado. Em um aspecto, um local é opcionalmente lavado e/ou enxaguado, contatado com uma ou mais das composições de distribuição de agente de benefício da presente invenção ou um produto de consumo compreendendo uma ou mais das composições de distribuição de agente de benefício da presente

30 invenção e então opcionalmente lavado e/ou enxaguado. Para as finalidades da presente invenção, lavagem inclui, mas não está limitada a, esfrega e agitação mecânica. O tecido pode compreender a maioria de qualquer tecido capaz de ser lavado ou tratado em condições de uso de consumo normais. Licores que podem compreender as composições descritas podem ter um pH de cerca de 3 a cerca de 11,5. Tais composições são tipicamente empregadas a concentrações de cerca de 500 ppm a cerca de 15.000 ppm em solução. Quando o solvente de lavagem é água, a temperatura da água tipicamente varia de cerca de 5 °C

35 a cerca de 90 °C e, quando o local compreende um tecido, a razão água para tecido é tipi-

camente de cerca de 1:1 a cerca de 30:1.

MÉTODOS DE TESTE

Entende-se que os métodos de teste que são descritos na Seção Métodos de Teste do presente pedido de patente devem ser usados para determinar os valores respectivos dos parâmetros da invenção dos depositantes, como tal invenção é descrita e reivindicada aqui.

(1) ClogP

O "logP calculado" (ClogP) é determinado pela abordagem de fragmento de Hansch and Leo (cf., A. Leo, em "Comprehensive Medicinal Chemistry", Vol. 4, C. Hansch, P. G. Sammens, J. B. Taylor, e CA. Ramsden, Eds. P. 295, Pergamon Press, 1990, incorporado aqui por referência). Valores de ClogP podem ser calculados usando-se o programa "CLOGP" disponível por Daylight Chemical Information Systems Inc. de Irvine, Califórnia, EUA.

(2) Ponto de Ebulição

O ponto de ebulição é mensurado pelo método ASTM D2887-04a, "Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography," ASTM International.

(3) Formaldeído Livre

O formaldeído livre é mensurado de acordo com NIOSH 5700 com as adaptações a seguir:

- Adaptação da concentração de DNPH: degradação mínima de polímero durante reação de derivatização e criar condição para monitorar o destino do reagente de derivatização durante subsequente análise de LC (verificar o consumo de reagente potencial por outros constituintes da amostra, como carbonilas de perfume).

- Redução da concentração de ácido e uso de ácido clorídrico em vez de ácido perclórico: criar condições mais suaves para derivatização, evitar degradação excessiva de polímero/resina. (A cinética de derivatização nessas condições é verificada para mostrar que platô de reação é alcançado em cerca de 10 min >> é necessário incorporar essas curvas de cinética de reação ou não?).

-Extração de solvente (Acetonitrila): garante separação rápida do material sólido de amostras e permitindo fácil filtração. O filtrado contém formaldeído para análise. Soluções de calibragem padrão são feitas para combinar a composição de solvente àquela de amostras analisadas para garantir condições de reação iguais para derivatização.

PROTOCOLO DE TESTE E APARELHO

Aparelhos

1) *Controle de instrumentação Waters HPLC e sistema Millenium e Sistema de aquisição de dados*

- 2) Unidade de desgaseificação a vácuo de eluente de fluxo contínuo (*Erma ERC-3612 ou equivalente. Alternativamente usar He sparging*)
- 3) Módulo de distribuição de solvente (*Waters 600E ou sistema equivalente de distribuição de solvente de múltiplos canais*)
- 5 4) Injetor de volume variável (*Waters 717 plus, injetor automático ou equivalente*)
- 5) Coluna HPLC analítica / coluna de guarda (*Symmetry C8, 3,9 x 1 50 mm, WAT n° 054235 com coluna de guarda Wat n° 054250 ou equivalente*)
- 6) Detector de UV (*Waters 996 Photo Diode Array Detector ou equivalente*)
- 7) Estação de dados (*Waters Millennium 2010, 2020 C/S, ou um sistema equivalente*
- 10 *capaz de armazenar e processar dados*)
- 8) Unidades de filtro descartáveis (0,45 µm, PTFE ou 0,45 µm 25mm, para filtração de amostra. *Millipore Millex HV, cat. n° SLSR025NS*)
- 9) Seringas descartáveis (2 mL de polipropileno, com encaixe Luer. *Deve coincidir com unidade de filtração fêmea Luer*)
- 15 10) Frascos de amostra de vidro descartáveis, 4 mL, com caps. (*frascos de vidro claro de 4 mL Luer com caps n° WAT025051, ou equivalente*)
- 11) Copos de filtro descartáveis, 0,45 µm, para filtração de eluente. *Millipore, cat n° SJHVM4710, ou equivalente*
- 12) Lab Shaker + Lab Therm (*Applitek Scientific Instruments ou equivalente*)
- 20 13) Equipamento de titulação consistindo em:
- a. Titulador automático (*Mettler DL70 ou equivalente*)
- b. Eletrodo de platina (*Mettler DM140-Sc ou equivalente*)
- c. Receptáculo de titulação (100 mL, encaixe DL70 ou um sistema titulador automático equivalente)
- 25 **REAGENTES E SOLUÇÕES**
- Reagentes / Solventes
- (1) Água de grau HPLC (*Resistividade acima de 18 M:cm, livre de material orgânico*)
- (2) Acetonitrila (*HPLC Ultra Gradient Grade, J.T. Baker, n° 9017 ou equivalente*)
- 30 —(3) Reagente de Par Iônico: sulfato de tetrabutilamônio hidrogênio *reagente Pic-A* _____
Low UV, Waters n° WAT084189 ou equivalente
- (4) 2,4-dinitrofenilhidrazina ($C_6H_6N_4O_4$) *Aldrich n° 19.930-3 ou equivalente*
- (5) Formaldeído 37% por peso em água, usado como material padrão. *Aldrich, n° 25.254-9 ou equivalente*
- 35 (6) Etanol absoluto (*J.T. Baker, n° 8006 ou equivalente*)
- (7) Ácido clorídrico 36 – 38% (*J.T. Baker, n° 6081 ou equivalente*)
- (8) Iodo, padrão volumétrico, solução a 0,1N em água *Aldrich, n° 31.898-1 ou equi-*

valente

(9) Hidróxido de sódio, 1N (Aldrich, nº 31.951-1 ou equivalente)

(10) Ácido clorídrico, 1N (Aldrich, nº 31.894-9 ou equivalente)

(11) Tiosulfato de sódio, padrão volumétrico, solução a 0,1N em água Aldrich, nº 31.954-6 ou equivalente

SOLUÇÕES

(1) Eluente A: água / ACN 90:10 com 5 mM Pic. Dissolver uma garrafa de Pic A Low UV em 900 mL de água de grau HPLC. Adicionar, durante agitação vigorosa, 100 mL de acetonitrila. Filtrar através de um copo de filtro descartável de 0,45 µm.

(2) Eluente B: água / ACN 30:70 com 5 mM Pic A. Dissolver uma garrafa de Pic A Low UV em 300 mL de água de grau HPLC. Adicionar muito lentamente, durante agitação vigorosa, 700 mL de acetonitrila. Filtrar através de um copo de filtro descartável de 0,45 µm. *É muito importante misturar bem e adicionar a acetonitrila muito lentamente para impedir a precipitação do Pic A tanto quanto possível. Preferivelmente, preparar este eluente bem antes para permitir equilíbrio e evitar precipitação durante o uso. Filtrar antes do uso.*

(3) Solução estoque de 2,4-dinitrofenilhidrazina. Pesar, com aproximação de 0,01 g, 0,4 g de 2,4-DNPH em uma garrafa de vidro de 100 mL. Adicionar 20 ml de etanol absoluto e agitar vigorosamente. Durante agitação, adicionar lentamente 16 ml de ácido clorídrico concentrado, seguido por 64 ml de etanol absoluto. *A solução estoque de 2,4-DNPH pode ser mantida por cerca de 2 meses.*

(4) Solução de trabalho de 2,4-dinitrofenilhidrazina para amostras. Pipetar 5 mL da solução estoque de 2,4-dinitrofenilhidrazina em um balão volumétrico de vidro de 100 mL. Preencher o volume com água deionizada e misturar bem. *A solução de trabalho de 2,4-DNPH deve ser refeita diariamente.*

(5) Solução de trabalho de 2,4-dinitrofenilhidrazina para padrões. Pipetar 5 mL da solução estoque de 2,4-dinitrofenilhidrazina em um balão volumétrico de vidro de 100 mL. Preencher o volume com acetonitrila e misturar bem. *A solução de trabalho de 2,4-DNPH deve ser refeita diariamente.*

Procedimento

1) Solução estoque padrão de formaldeído: Pesar, com aproximação de 0,0001 grama, 1,0 g de padrão de formaldeído em um copo de amostra pequeno. Dissolver em um balão volumétrico de 1 L usando água deionizada. *Registrar o peso como Wst.*

2) Preparo de soluções de trabalho padrão

a. Pipetar 5 ml da solução estoque de formaldeído em um balão volumétrico de 50 mL. Levar ao volume com água deionizada e misturar bem.

b. Pipetar 0; 0,5; 1,0; 3 e 5 mL da solução estoque diluída em balões volumétricos de 50 mL. Levar ao volume com água deionizada e misturar bem. Filtrar aproximadamente 5

mL de cada solução de trabalho padrão através de uma unidade de filtro descartável de 0,45 µm em um frasco de vidro.

- 3) Preparo de amostra: Pesar, com aproximação de 0,0001 grama, cerca de 1 grama de amostra em um balão volumétrico de 50 mL. Levar ao volume com acetonitrila e misturar bem. Permitir por cerca de cinco (5) minutos que o material insolúvel assente. Filtrar aproximadamente 5 mL da solução de amostra através de uma unidade de filtro descartável de 0,45 µm em um frasco de vidro. *Registrar o peso exato como W_{sa} em gramas.*

4) Procedimento de derivatização

- a. Pipetar 1,00 mL de cada solução padrão, solução de amostra filtrada e extrato filtrado em frascos de amostra de 4 mL separados. *A escolha da faixa de calibragem é dependente do nível de formaldeído livre esperado em soluções ou extratos de amostra.*

b. Padrões: adicionar 1,00 mL de solução de trabalho de 2,4-DNPH para padrões a cada frasco. Tapar e misturar.

- c. Amostras; adicionar 1,00 mL de solução de trabalho de 2,4-DNPH para amostras a cada frasco. Tapar e misturar.

d. Deixar reagir por 10 minutos ± 20 segundos antes da injeção. *Nota: este tempo é crítico.* Iniciar o tempo assim que os reagentes são misturados e levar em conta o tempo que leva para carregar e injetar uma amostra.

- 5) Operação Instrumental: Ajustar o sistema HPLC de acordo com as instruções do fabricante usando as condições a seguir:

Isocrático: 20% A – 80% B / 0,8 ml/min

Detecção: UV a 365 nm

Vol. de injeção: 50 µl

Tempo de execução: 10 minutos

25 CALIBRAGEM

1) Injetar 20 µl de uma solução padrão derivatizada pelo menos uma vez para verificar o funcionamento adequado do instrumento (*Nunca usar as contagens de área da primeira injeção para fins de calibragem. A primeira injeção após início do sistema HPLC é em geral não representativa*).

- 30 2) Injetar 20 µl de cada uma das soluções padrão derivatizadas.

3) Registrar as áreas de pico e, com a ajuda dos exemplos no anexo 9, atribuir a identidade de pico.

ANÁLISE DAS AMOSTRAS

- 35 1) Injetar 20 µl de cada uma das soluções ou extratos de amostra.

2) Registrar a área de pico para o pico de formaldeído.

3) Depois que as análises estão concluídas, substituir o eluente por água deionizada e então um solvente de armazenamento, por exemplo, metanol de grau HPLC, antes de

remover a coluna do sistema.

Cálculos

(1) Calcular a quantidade de formaldeído em cada uma das soluções padrão (faixa de calibragem: 0 – 5 µg/mL)

$$5 \quad \frac{Wst \times Ast \times 1000 \times Vol \text{ dil}}{vol \text{ µg de formaldeído / mL}} = \frac{Wst \times Ast \times Dil}{100 \times 10 \times 50} = 50$$

Onde:

Wst = Peso de padrão na solução estoque em gramas (7.11)

Ast = Atividade do material padrão (%) determinada por titulação (7.1.5)

10 Vol Dil = quantidades de estoque padrão diluída em mL usadas para preparar soluções padrão (0 – 10 mL)

(2) Construir uma curva de calibragem (quantidades versus área de pico). *Quando usar o software de processamento de dados Waters Millennium 2010, realizar o "Fit Type": Ajuste de calibragem linear em "Tabela de Componentes" do Método de Processamento.*

15 (3) Partindo da área de pico de formaldeído de uma amostra, ler a quantidade de formaldeído na solução ou extrato de amostra em µg/mL da curva de calibragem. Registrar este valor como µg_{sa}. *Nota: este cálculo assume que volumes de injeção de padrões e amostras são idênticos.*

(4) Calcular a quantidade de formaldeído nas amostras conforme a seguir:

$$20 \quad \text{ppm de formaldeído} = \frac{\mu g_{sa} \times 100}{Wsa}$$

Wsa

Onde:

µg_{sa} = quantidade de formaldeído livre na solução de amostra em µg/mL (7.3)

Wsa = peso da amostra em gramas (7.3.1)

25 EXEMPLOS

Embora modalidades particulares da presente invenção tenham sido ilustradas e descritas, seria óbvio para aquele versado na técnica que diversas outras alterações e modificações podem ser feitas sem se afastar do espírito e escopo da invenção. Destinam-se, portanto, a cobrir nas reivindicações anexas todas tais alterações e modificações que estão dentro do escopo desta invenção.

30 **EXEMPLO 1:** 18 gramas de Cápsula de Formaldeído de Melamina (MF) a 80% por peso de Núcleo / 20% por peso de Parede de uma combinação de 50% de emulsificante de copolímero de acrilato de butila-ácido acrílico (Colloid C351, sólidos a 25%, pKa 4,5 – 4,7; Kemira) e 50% de ácido poliacrílico (35% de sólidos, pKa 1,5 – 2,5; Aldrich) são dissolvidos e misturados em 200 gramas de água deionizada. O pH da solução é ajustado a pH de 3,5 com solução de hidróxido de sódio. 6,5 gramas de resina metilada metilol melamina (Cymel 385, 80% de sólidos Cytec) são adicionados à solução emulsificante. 200 gramas de óleo de

perfume são adicionados à mistura anterior sob agitação mecânica e a temperatura é elevada para 60 °C. Após mistura à velocidade superior até que uma emulsão estável é obtida, a segunda solução e 3,5 gramas de sal de sulfato de sódio são vertidos na emulsão. Esta segunda solução contém 10 gramas de emulsificante copolímero de acrilato de butila-ácido acrílico (Colloid C351, 25% de sólidos, pka 4,5 – 4,7; Kemira), 120 gramas de água destilada, solução de hidróxido de sódio para ajustar o pH a 4,6; 30 gramas de resina parcialmente metilada metilol melamina (Cymel 385; 80% Cytec). Esta mistura é aquecida a 75 °C e mantida 6 horas com agitação contínua para concluir o processo de encapsulamento. Um tamanho de cápsula médio de 20 um é obtido conforme analisado por um Model 780 Accusizer.

10 A concentração de formaldeído livre medida na pasta fluida de microcápsula de perfume é de 500 ppm.

EXEMPLO 2: 25 gramas de Cápsula Formaldeído de Melamina (MF) a 84% por peso de Núcleo / 16% por peso de Parede de emulsificante de copolímero de acrilato de butila-ácido acrílico (Colloid C351, 25% de sólidos, pka 4,5 – 4,7; (Kemira Chemicals, Inc. Kenne-

15 saw, Geórgia, EUA) são dissolvidos e misturados em 200 gramas de água deionizada. O pH da solução é ajustado a pH de 4,0 com solução de hidróxido de sódio. 8 gramas de resina parcialmente metilada de metilol melamina (Cymel 385, 80% de sólidos, (Cytec Industries West Paterson, New Jersey, EUA)) são adicionados à solução emulsificante. 200 gramas de óleo de perfume são adicionados à mistura anterior sob agitação mecânica e a temperatura

20 é elevada para 50 °C. Após mistura à velocidade superior até que uma emulsão estável é obtida, a segunda solução e 4 gramas de sal de sulfato de sódio são adicionados à emulsão. Esta segunda solução contém 10 gramas de emulsificante de copolímero de acrilato de butila-ácido acrílico (Colloid C351, 25% de sólidos, pka 4,5 – 4,7; Kemira), 120 gramas de água destilada, solução de hidróxido de sódio para ajustar o pH a 4,8; 25 gramas de resina

25 parcialmente metilada metilol melamina (Cymel 385, 80% de sólidos, Cytec). Esta mistura é agitada a 70 °C e mantida de um dia para o outro com agitação contínua para concluir o processo de encapsulamento. Um tamanho de cápsula médio de 20 um é obtido conforme analisado por um Model 780 Accusizer. A concentração de formaldeído livre medida na pasta fluida de microcápsula de perfume é de 3500 ppm.

30 EXEMPLO 3: Secagem por Pulverização

A pasta fluida de microcápsula de perfume do Exemplo 1 é bombeada a uma velocidade de 1 kg/hr em um secador por pulverização de co-corrente (Niro Production Minor, 1,2 metros de diâmetro) e atomizada usando uma roda centrífuga (100 mm de diâmetro) girando a 18.000 RPM. As condições de operação de secagem são: fluxo de ar de 80 kg/hr,

35 uma temperatura de ar de entrada de 200 °C, uma temperatura de saída de 100 °C, operação de secagem a uma pressão de -150 milímetros de vácuo de água. O pó seco é coletado no fundo de um ciclone. As partículas coletadas têm um diâmetro de partícula aproximado

de 20 microns. O formaldeído livre medido é de 5000 miligramas por litro. O equipamento usado no processo de secagem por pulverização pode ser obtido dos fornecedores a seguir: IKA Werke GmbH & Co. KG, Janke and Kunkel - Str. 10, D79219 Staufen, Alemanha; Niro A/S Gladsaxevej 305, P.O. Box 45, 2860 Soeborg, Dinamarca e Watson-Marlow Bredel
5 Pumps Limited, Falmouth, Cornwall, TR1 1 4RU, Inglaterra.

EXEMPLO 4: Troca de Solvente

150 gramas de propileno glicol são adicionados a 100 gramas das microcápsulas de perfume do Exemplo 1. A mistura é preparada a 25 °C, e colocada em um evaporador flash giratório (Buchi Rotavapor R-114). Um banho de água (Baxter Scientific Products Du-
10 rabath) é usado para aquecer e manter a mistura a 65 °C por 6 horas, com um vácuo inicial de 381 mm Hg (15 polegadas de mercúrio) que é elevado para 716,3 mm Hg (28,2 polegadas de mercúrio) durante a duração da evaporação (bomba a vácuo Welch 1400 DuoSeal). A taxa de aumento de vácuo é governada pela quantidade de água na mistura e minimizando o risco de "estouro" sobre a mistura. O conteúdo de água final é mensurado em 1,1% por
15 peso, conteúdo de sólidos de 21% e o formaldeído livre na pasta fluida é de 2990 miligramas por litro.

200 gramas de glicerol são adicionados a 100 gramas das microcápsulas de perfume do Exemplo 1. A mistura é preparada a 25 °C e colocada em um evaporador flash giratório (Buchi Rotavapor R-114). Um banho de água (Baxter Scientific Products Durabath) é
20 usado para aquecer e manter a mistura a 65 °C por 8 horas, com um vácuo inicial de 381 mm Hg (15 polegadas de mercúrio) que é elevado para 716,3 mm Hg (28,2 polegadas de mercúrio) durante a duração da evaporação (bomba a vácuo Welch 1400 DuoSeal). A taxa de aumento de vácuo é governada pela quantidade de água na mistura e minimizando o risco de "estouro" sobre a mistura. O conteúdo de água final é 2% por peso, conteúdo de
25 sólidos de 17% e o formaldeído livre na pasta fluida é de 2550 miligramas por litro.

EXEMPLO 5: Filtragem por bateladas

O Exemplo 5B é preparado misturando-se 50 gramas da pasta de microcápsula de perfume do Exemplo 1 (pH 5,0) com 60 gramas de água deionizada. A mistura é aquecida a 65 °C. A mistura é então vertida em um conjunto de filtro por bateladas. O conjunto de filtro
30 por bateladas compreende um funil Buchner com uma peneira de 250 microns, sobre a qual está colocada uma membrana (WPP807 – polipropileno tecido, tamanho de poro de 15 microns; ou 2.0SM – não tecido (não tecido por sopro em fusão de filamentos contínuos termossoldados) tamanho de poro de 17 microns), área de filtração de 10,2 m² (0,011 pé²). O conjunto inteiro pode ser pressurizado até pressão de 275,8 kPa manométrico (40 psig). O
35 permeado passa através da membrana, então através da peneira de poro grande e é coletado. Após adição da mistura de microcápsula de perfume sobre a membrana, todo o conjunto é pressurizado a 275,8 kPa manométrico (40 psig). A taxa de coleta de permeado é

monitorada. O conjunto é despressurizado após 3 minutos, e o bolo de microcápsula de perfume desidratado é removido.

Exemplo ID	Membrana	Massa de Pasta Fluida do Exemplo 1 (g)	Massa de Água Adicionada (g)	CH ₂ O Livre no Bolo	CH ₂ O Livre no Permeado	CH ₂ O Total na Pasta Fluida
5A	WPP807	50	0	2593	7118	4403
5B	WPP807	50	30	1407	4093	4264
5E	2.0SM	50	0	1983	7006	3992
5F	2.0SM	50	30	1407	3807	4153

EXEMPLO 6. Filtração por Bateladas

A membrana 2.0SM do Exemplo 5 mostra os melhores resultados para minimizar o formaldeído no bolo filtrado. Esta membrana é utilizada para determinar o efeito de pré-diluição e ajuste de pH (com 50% por peso de ácido cítrico) das microcápsulas de perfume do Exemplo 1.

Exemplo ID	Massa de água deionizada adicionada a 50 gramas de microcápsulas de perfume do Exemplo 1 (pH 5,0)	Formaldeído livre em um bolo de PMC
6A	0	3259
6B	30	2416
6C	60	1917
6D	90	1906
6E	120	1779
6F	150	1527

Exemplo ID	Descrição	Formaldeído livre (miligramas por litro)
6G	Exemplo 1, Bolo de pH 2,5	1047
6H	Exemplo 1, Bolo de pH 2,0	1061
6I	Exemplo 1, Bolo de pH 1,5	1236

O formaldeído livre esperado nas amostras acima é de 1000 miligramas por litro (com base na quantidade de formaldeído na amostra inicialmente, e remoção de água durante o processo de filtração). Os bolos filtrados 6G, 6H e 6I são reconstituídos em uma pasta fluida aquosa para proporcionar uma suspensão de fase estável da seguinte maneira: a 20,8 gramas do bolo filtrado, são adicionados 10,6 gramas de água DI, então 6,0 gramas de solução aquosa a 1% de Optixan Xanthan Gum (ADM Corporation), e 2,50 gramas de 32% por peso de solução de cloreto de magnésio. As suspensões aquosas são envelhecidas por

1 semana a 25 °C, antes da medição do formaldeído livre.

Exemplo ID	Descrição	Formaldeído Livre (miligramas por litro)	Formaldeído Livre Esperado (miligramas por litro)
6J	Bolo 6G, reconstituído	1329	480
6K	Bolo 6H, reconstituído	1524	480
6L	Bolo 6I, reconstituído	1857	480

Existe um “reservatório” de formaldeído que gera formaldeído livre na solução em massa. Este “reservatório” não pode ser eliminado por diluição + filtração, nem redução do pH da pasta fluida antes da filtração.

5 **EXEMPLO 7: Filtração Contínua**

10 Diafiltração contínua da pasta fluida de PMC é concluída através de duas membranas de tamanhos diferentes – 0,14 microns (Dióxido de Zircônio + Dióxido de Titânio, de TAMI Industries of France) e 300 kDa (Dióxido de Zircônio, de TAMI Industries of France). 3 Partes de água são adicionadas a 1 parte de microcápsulas de perfume do Exemplo 1 (porém com formaldeído livre na massa ajustada a 1200 ppm usando acetoacetamida como um sequestrante). Esta pasta fluida é então usada para determinar a taxa de fluxo ideal através do filtro de x-membrana executando a operação de filtração contínua em 4 taxas de fluxo diferentes, e medindo a taxa de coleta de permeado, e a queda de pressão através da membrana. A queda de pressão e taxa de fluxo de transmembrana ótimas que maximizam a taxa de coleta de permeado é verificada como sendo de 300 Litros por hora e 400 kPa (4 bar) para a membrana de 300 kDa, e 230 Litros por hora e 500 kPa (5 bar) para a membrana de 0,14 micron. Então, a pasta fluida é filtrada através de cada membrana 5 vezes (a fim de remover toda a água que foi adicionada à pasta fluida). Isto constitui 1 passagem. O material é então novamente diluído com 3 partes de água para cada 1 parte de pasta fluida diafiltrada. A pasta fluida é então filtrada através da membrana para remover a água adicionada. Isto constitui 2 passagens. Um total de 5 passagens através da membrana de filtro é concluído com cada uma das membranas.

Exemplo ID	Descrição	Formaldeído Livre (ppm)
7A	3:1 água:diluição de pasta fluida de PMC, sem diafiltração	316,5
7B	1 passagem de diafiltração, membrana de 0,14 micron	300,4
7C	2 passagens de diafiltração, membrana de 0,14 micron	332,3
7D	3 passagens de diafiltração, membrana de 0,14 micron	250,1
7E	4 passagens de diafiltração, membrana de 0,14 micron	196,5

	micron	
7F	5 passagens de diafiltração, membrana de 0,14 micron	106,7
7G	1 passagem de diafiltração, membrana de 300 kDa	N/A
7H	2 passagens de diafiltração, membrana de 00 kDa	355,3
7I	3 passagens de diafiltração, membrana de 300 kDa	243,6
7J	4 passagens de diafiltração, membrana de 300 kDa	183,9
7K	5 passagens de diafiltração, membrana de 300 kDa	148,2

Notar que não há redução significativa em formaldeído livre (existe um “reservatório” de formaldeído).

EXEMPLO 8: Centrifuga por Bateladas

14 Mililitros da suspensão aquosa de microcápsulas de perfume do Exemplo 1 são colocados em um tubo de centrifugação de 20 mililitros. 6 Tais tubos idênticos são preparados e colocados em uma centrífuga por bateladas (IEC Centra CL2). Após 20 minutos a 3800 RPM, os tubos de centrifugação são removidos, e três camadas são observadas: camada de bolo de microcápsula de perfume em cima, seguida por uma camada aquosa, seguida por uma camada particulada sólida de alta densidade. A camada de microcápsula superior é isolada do material restante, e submetida à análise quanto a formaldeído livre. O bolo de microcápsula também é reconstituído para fazer uma suspensão de fase estável (a 20,8 gramas da camada de microcápsula de perfume superior, são adicionados 10,6 gramas de água DI, então 6,0 gramas de solução aquosa a 1% por peso de Optixan Xanthan Gum da ADM Corporation, e 2,50 gramas de 32% por peso de solução de cloreto de magnésio da Chemical Ventures). Formaldeído livre em camada de PMC (camada superior) é mensurado como sendo 2244 miligramas por litro. Formaldeído livre nas microcápsulas reconstituídas (2 semanas/25 °C de envelhecimento) é mensurado como sendo 1083 miligramas por litro. O formaldeído livre mostra a tendência esperada, uma diminuição no nível que é proporcional à quantidade de água de diluição que é adicionada, isto é, o “reservatório” de formaldeído foi removido por esta técnica de separação física.

EXEMPLO 9. Centrifuga por Bateladas

A pasta de microcápsulas de perfume do Exemplo 2 tem o pH ajustado com ácido cítrico a 50% por peso. 14 Mililitros da suspensão aquosa de microcápsulas de perfume do Exemplo 2 são colocados em um tubo de centrifugação de 20 mililitros. 6 Tais tubos idênti-

cos são preparados e colocados em uma centrífuga por bateladas (IEC Centra CL2). Após 20 minutos a 3800 RPM, os tubos de centrifugação são removidos, e três camadas são observadas: camada de bolo de microcápsula de perfume em cima, seguida por uma camada aquosa, seguida por uma camada particulada sólida de alta densidade. A camada de microcápsula superior é isolada do material restante. A 20,8 gramas da camada de microcápsula de perfume superior, são adicionados 10,6 gramas de água DI, então 6,0 gramas de solução aquosa a 1% por peso de Optixan Xanthan Gum da ADM Corporation, e 2,50 gramas de solução de cloreto de magnésio a 32% por peso da Chemical Ventures. A camada de microcápsula superior e a pasta fluida de microcápsula de perfume reconstituída são analisadas quanto ao conteúdo de formaldeído livre (Exemplo 9A, 9B).

Exemplo ID	Descrição	CH ₂ O livre (bolo)	CH ₂ O livre (reconstituído)
8A, 8B	Exemplo 2 (pH 5,3) Centrífuga por Bateladas (CONTROLE)	2244	1083
9A, 9B	Exemplo 2, pH 2,5, Centrífuga por Bateladas	2151	1141

EXEMPLO 10. Centrífuga por Bateladas

14 Mililitros da suspensão aquosa de microcápsulas de perfume do Exemplo 2 são colocados em um tubo de centrifugação de 20 mililitros. 6 Tais tubos idênticos são preparados e colocados em uma centrífuga por bateladas (IEC Centra CL2). Após 20 minutos a 3800 RPM, os tubos de centrifugação são removidos, e três camadas são observadas: camada de bolo de microcápsula de perfume em cima, seguida por uma camada aquosa, seguida por uma camada particulada sólida de alta densidade. A camada de microcápsula superior é isolada do material restante. 4 Gramas da camada de microcápsula superior são misturados com 8 gramas de água deionizada. 4 Tais tubos idênticos são preparados e centrifugados por bateladas. A camada de microcápsula superior dos tubos de centrifugação é removida e formaldeído livre é analisado (Exemplo 10A, 2 passagens).

4 Gramas da camada de microcápsula superior do Exemplo 8E são misturados com 8 gramas de água deionizada. 2 Tais tubos idênticos são preparados e centrifugados por bateladas (IEC Centra CL2, 20 minutos a 3800 ROM, 25 °C). A camada de microcápsula superior dos tubos de centrifugação é isolada e analisada quanto ao formaldeído livre (Exemplo 10B, 3 passagens). A análise mostra que é possível remover permanentemente formaldeído livre das microcápsulas de perfume aumentando-se o número de ciclos de centrifugação.

Exemplo ID	Descrição	CH ₂ O Livre (bolo)	CH ₂ O Livre (reconstituído)
8A, 8B	Exemplo 2 (pH 5,3) – 1 passagem Centrífuga	2244	1083

	por Bateladas		
10A	Exemplo 2 (pH 5,3) – 2 passagens Centrifuga por Bateladas	571	N/A
10B	Exemplo 2 (pH 5,3) – 3 passagens Centrifuga por Bateladas	326	N/A

- Os bolos de microcápsula de perfume 8A, 10A e 10B são reconstituídos em água (a 20,8 gramas da camada de microcápsula de perfume superior, são adicionados 10,6 gramas de água DI, então 6,0 gramas de solução aquosa a 1% por peso de Optixan Xanthan Gum da ADM Corporation e 2,50 gramas de solução de cloreto de magnésio a 32% por peso da Chemical Ventures), e envelhecidos por 96 horas a 35 graus Centígrados.

Exemplo ID	Descrição	CH ₂ O Livre (bolo)	CH ₂ O Livre (reconstituído, envelhecido a 96 h/35 °C)
8A, 10C	Exemplo 2 (pH 5,3) – 1 passagem Centrifuga por Bateladas	2244	1466
10A, 10D	Exemplo 2 (pH 5,3) – 2 passagens Centrifuga por Bateladas	581	594
10B, 10E	Exemplo 2 (pH 5,3) – 3 passagens Centrifuga por Bateladas	326	411

Há um aumento em formaldeído livre de 1083 ppm para 1466 ppm para a pasta fluída centrifugada uma vez. Múltiplos ciclos de centrifugação são eficientes na redução do aumento de formaldeído livre com o envelhecimento.

- O ajuste do pH de microcápsulas de perfume do Exemplo 2 rende um aumento significativo em formaldeído liberável (3116 ppm para 6100 ppm). As microcápsulas de perfume centrifugadas rendem um aumento muito menor em formaldeído liberável, indicando que um grande reservatório de formaldeído livre foi removido durante o processo de centrifugação.

Exemplo ID	Descrição	Pasta Fluida Reconstituída de CH ₂ O Livre pH 4,3	Pasta Fluida Reconstituída de CH ₂ O Livre pH ajustado a 2,5 envelhecimento de 1 sem/25 °C
8B, 10F	Exemplo 2 (pH 5,3) – 1 passagem Centrifuga por Bateladas	1083	1216
10G, 10H	Exemplo 2 (pH 5,3) – sem centrifugação	3116	6100

EXEMPLO 11: Adsorção Reativa

- Aproximadamente 1,0 gramas da microcápsulas de perfume do Exemplo 1 é colocado em uma jarra de vidro. Aproximadamente 1,0 gramas de água deionizada é adicionado à jarra. Resina polimérica é então adicionada à pasta fluida de microcápsula de perfume diluída. A amostra é misturada com velocidade a 3000 RPM por 2 minutos e deixada assentar de um dia para o outro a 25 graus Centígrados. A amostra é misturada com velocidade na manhã seguinte a 3000 RPM por 2 minutos. A pasta fluida é filtrada para remover a resina polimérica, e formaldeído livre é mensurado. Uma descrição dos experimentos é resumida na tabela abaixo. O formaldeído livre da pasta fluida de microcápsula de perfume antes de qualquer adição de resinas poliméricas é mensurado em 4800 ppm.

Resina/Sequestrante	Massa de pasta fluida (g)	Massa de água (g)	Formaldeído Livre Mensurado
ScavengePore® - poliestireno aminometilado	1,1175	1,0000	63,0
Poli (4-vinilpiridina)	1,0218	1,0000	5060,8
Dietilenotriamina, ligada a polímero	1,0614	1,0000	3477,1
p-Toluenossulfonilhidrazida, ligada a polímero	1,0608	1,0000	183,5
Solução a 10% de PVOH/PVAm M12	1,0452	0,0000	3611,4
ScavengePore® - poliestireno aminometilado	2,0137	2,0175	76,9
ScavengePore® - poliestireno aminometilado	2,0821	1,0936	67,1
p-Toluenossulfonilhidrazida, ligada a polímero	2,0017	2,0399	59,8
p-Toluenossulfonilhidrazida, ligada a polímero	2,0099	0,0000	142,1

10

ArgoPore®-NH ₂ HL	2,0059	1,0023	3,6
JandaJel-NH ₂	2,0319	1,0020	505,0
StratoSpheres PL-AMS	2,0042	1,0021	831,8
StratoSpheres PL-AMS	2,1262	1,0022	654,4
Resina polimérica de aminometila	2,0041	1,0021	551,0

ArgoPore®-NH2 HL	2,0059	1,0023	146,9
------------------	--------	--------	-------

EXEMPLO 12: Composições de Produto Finalizadas

Exemplos não-limitantes de formulações de produto contendo microcápsulas de perfume purificadas dos exemplos acima mencionados estão resumidos na tabela a seguir.

(% por peso)	EXEMPLOS									
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
FSA ^a	14	16,47	14	12	12	16,47	-	-	5	5
FSA ^b					-		3,00	-	-	-
FSA ^c					-		-	6,5	-	-
Etanol	2,18	2,57	2,18	1,95	1,95	2,57	-	-	0,81	0,81
Álcool Isopropílico	-	-	-	-	-	-	0,33	1,22	-	-
Amido ^d	1,25	1,47	2,00	1,25	-	2,30	0,5	0,70	0,71	0,42
Microcápsula (% ativa)*	0,6	0,75	0,6	0,75	0,37	0,60	0,37	0,6	0,37	0,37
Polímero Estabilizador de Fase ^f	0,21	0,25	0,21	0,21	0,14	-	-	0,14	-	-
Supressor de Espuma ^g	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	-
Cloreto de Cálcio	0,15	0,176	0,15	0,15	0,30	0,176	-	0,1 - 0,15	-	-
DTPA ^h	0,017	0,017	0,017	0,017	0,007	0,007	0,20	-	0,002	0,002
Conservante (ppm) ^{i,j}	5	5	5	5	5	5	-	250 ^j	5	5
Antiespumante ^k	0,015	0,018	0,015	0,015	0,015	0,015	-	-	0,015	0,015
Tintura (ppm)	40	40	40	40	40	40	11	30-300	30	30
Cloreto de Amônio	0,100	0,118	0,100	0,100	0,115	0,115	-	-	-	-
HCl	0,012	0,014	0,012	0,012	0,028	0,028	0,016	0,025	0,011	0,011
Estruturante ^l	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Perfume Encapsulado Puro	0,8	0,7	0,9	0,5	1,2	0,5	1,1	0,6	1,0	0,9
Água Deionizada	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.	Eq.

^a N,N-di(sebooiloxietil)-N,N-dimetilamônio cloreto.

fosfônico)							
Cloreto de mono- C ₁₂₋₁₄ alquil, dimetil, monohidroietil a- mônio quaternário	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Alquil benzeno li- near	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1
Sulfonato de alquil benzeno linear	10,3	10,1	19,9	14,7	10,3	17	10,5
Sulfato de magné- sio	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Carbonato de sódio	19,5	19,2	10,1	18,5	29,9	10,1	16,8
Sulfato de sódio	29,6	29,8	38,8	1,1	24,4	19,7	19,1
Cloreto de sódio	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Zeólito	9,6	9,4	8,1	18	10	13,2	17,3
Partícula fotoalve- jante	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
Manchas de carbo- nato azuis e verme- lhas	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Álcool etoxilado AE7	1	1	1	1	1	1	1
Aglomerado de tetraacetil etileno diamina (92% por peso de ativo)	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Ácido cítrico	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
PDMS/aglomerados de argila (9,5% por peso de PDMS ati- vo)	10,5	10,3	5	15	5,1	7,3	10,2
Óxido de polietileno	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Enzimas, por e- xemplo, Protease (84 mg/g de ativo), Amilase (22 mg/g de ativo)	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2

Aglomerado de supressor de espuma (12,4% por peso de ativo)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Percarbonato de sódio (tendo de 12% a 15% de AvOx ativo)	7,2	7,1	4,9	5,4	6,9	19,3	13,1
Óleo de perfume	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Partículas de perfume sólidas	0,4	0	0,4	0,4	0,4	0,4	0,6
Microcápsulas de perfume*	1,3	2,4	1	1,3	1,3	1,3	0,7
Água	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Misc	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Partes Totais	100	100	100	100	100	100	100

*Microcápsula adicionada como 35% de pasta fluida ativa (solução aquosa). A razão núcleo/parede pode variar de 80/20 a 90/10 e o diâmetro médio de partícula pode variar de 5 µm a 50 µm, e pode ser purificada através de qualquer dos exemplos acima mencionados.

- 5 Os níveis de formaldeído das composições do Exemplo 13 são mensurados de acordo com o Método de Teste 3 do presente relatório descritivo, são verificadas como tendo níveis de formaldeído inferiores a 10 ppm.

EXEMPLO 14. Formulações líquidas para lavanderia (HDLs)

- 10 Exemplos não limitantes de formulações de produtos contendo microcápsulas de perfume purificado dos exemplos acima mencionados estão resumidos na tabela a seguir.

Ingrediente	HDL1	HDL2	HDL3	HDL4	HDL5	HDL6
Alquil éter sulfato	0,00	0,50	12,0	12,0	6,0	7,0
Ácido dodecil benzeno sulfônico	8,0	8,0	1,0	1,0	2,0	3,0
Álcool etoxilado	8,0	6,0	5,0	7,0	5,0	3,0
Ácido cítrico	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0	3,0
Hexametileno diamina etoxissulfatada quaternizada	1,9	1,2	1,5	2,0	1,0	1,0
Ácido dietileno triamina penta metileno fosfônico	0,3	0,2	0,2	0,3	0,1	0,2
Enzimas	1,20	0,80	0	1,2	0	0,8
Abrilhantador (FWA à base de diamino)	0,14	0,09	0	0,14	0,01	0,09

estilbeno dissulfonado)						
Hidroxietil celulose catiônica	0	0	0,10	0	0,200	0,30
Poli(cloreto de acrílamida-co-dialilmetilamônio)	0	0	0	0,50	0,10	0
Estruturante de óleo de rícino hidrogenado	0,50	0,44	0,2	0,2	0,3	0,3
Ácido bórico	2,4	1,5	1,0	2,4	1,0	1,5
Etanol	0,50	1,0	2,0	2,0	1,0	1,0
1,2 propanodiol	2,0	3,0	1,0	1,0	0,01	0,01
Glutaraldeído	0	0	19ppm	0	13ppm	0
Dietilenoglicol (DEG)	1,6	0	0	0	0	0
2,3-Metil-1,3-propanodiol (M pdiol)	1,0	1,0	0	0	0	0
Mono etanol amina	1,0	0,5	0	0	0	0
NaOH suficiente para proporcionar pH da formulação de:	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8
Cumeno sulfonato de sódio (NaCS)	2,00	0	0	0	0	0
Emulsão de silicone (PDMS)	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003
Perfume	0,7	0,5	0,8	0,8	0,6	0,6
Poliuretanoimina	0,01	0,10	0,00	0,10	0,20	0,05
Microcápsulas de perfume*	1,00	5,00	1,00	2,00	0,10	0,80
Água	Eq. a 100%	Eq. a 100%	Eq. a 100%	Eq. a 100%	Eq. a 100%	Eq. a 100%

Microcápsula adicionada como pasta fluida ativa a 35% (solução aquosa). A razão núcleo/parede pode variar de 80/20 até 90/10 e o diâmetro médio de partícula pode variar de 5 µm a 50 µm, e pode ser purificado através de qualquer dos exemplos acima mencionados.

- 5 Os níveis de formaldeído das composições do Exemplo 14 são mensurados de acordo com o Método de Teste 3 do presente relatório descritivo, são verificados como tendo níveis de formaldeído inferiores a 10 ppm.

EXEMPLO 15.

- 10 Exemplos não limitantes de formulações de produto contendo microcápsulas de perfume purificado dos exemplos acima mencionados estão resumidos na tabela a seguir.

<u>Exemplos de detergentes líquidos</u>	A	B	C	D
C14-C15 alquil poli etoxilato (8)	6,25	4,00	6,25	6,25
C12-C14 alquil poli etoxilato (7)	0,40	0,30	0,40	0,40
Sal de sulfato de Na de C12-C14 alquil poli etoxilato (3)	10,60	6,78	10,60	10,60

Ácido alquilbenzeno sulfonato linear	0,19	1,16	0,79	0,79
Ácido cítrico	3,75	2,40	3,75	3,75
C12-C18 Ácido graxo	4,00	2,56	7,02	7,02
Enzimas	0,60	0,4	0,60	0,60
Ácido bórico	2,4	1,5	1,25	1,25
Hexametileno díamina trans-sulfatada etoxilada quat	1,11	0,71	1,11	1,11
Ácido dietileno triamina penta metileno fosfônico	0,17	0,11	0,17	0,17
Abrilhantador fluorescente	0,09	0,06	0,14	0,14
Óleo de ricino hidrogenado	0,05	0,300	0,20	0,20
Etanol	2,50	1,00	2,50	2,50
1,2 propanodiol	1,14	0,7	1,14	1,14
Hidróxido de sódio	3,8	2,6	4,60	4,60
Mono etanol amina	0,8	0,5		
Cumeno sulfonato de sódio				
Emulsão de silicone	0,0030	0,0030	0,0030	0,0030
Tintura	0,002	0,002	0,002	0,002
Opacificador (à base de acrilato de estireno)				
Argila de amaciamento bentonítica				
Acrilamida/MAPTAC (ex Nalco Chemicals de Naperville, IL)			0,40	0,40
Mirapol 550 (ex Rhodia Chemie, França)				
Poliquaternário 10 – hidróxi etil celulose catiônica				
PP-5495 (silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)				
DC 1664 (silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)				
Agente perolado*				0,02
Microcápsulas de perfume** (expressas como óleo de perfume)	0,8	0,5	1,0	0,7
Perfume	0,7	0,55	1,00	1,00
Poli etileno imina PM 25000				
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100

* Mica-TiO₂ (Prestige Silk Silver Star ex Eckart) ou BiOCI (Biron Silver CO – Merck) ou EGDS pré-cristalizado (Tegoppearl N100 ex Degussa, expresso como EGDS puro)

** Microcápsula adicionada como 35% de pasta fluida ativa (solução aquosa). A razão núcleo/parede pode variar de 80/20 até 90/10 e o diâmetro médio de partícula pode va-

riar de 5 µm a 50 µm, e pode ser purificada através de qualquer dos exemplos acima mencionados.

<u>Exemplos de detergentes líquidos</u>	E	F	G	H
C14-C15 alquil poli etoxilato (8)	6,25	4,00	6,25	6,25
C12-C14 alquil poli etoxilato (7)	0,40	0,30	0,40	
Sal de sulfato de sódio de C12-C14 alquil poli etoxilato (3)	10,60	6,78	10,60	10,60
Ácido alquilbenzeno sulfonato linear	0,79	1,17	0,79	0,79
Ácido cítrico	3,75	2,40	3,75	3,75
C12-C18 Ácido graxo	7,02	4,48	7,02	7,02
Enzimas	0,60	1,0	0,60	
Ácido bórico	1,25	1,25	1,25	1,25
Hexametileno diamina trans-sulfatada etoxilada quat	1,11	0,71	1,11	1,11
Ácido dietileno triamina penta metileno fosfônico	0,17	0,11	0,17	0,17
Abrilhantador fluorescente	0,14	0,06	0,14	
Óleo de rícino hidrogenado	0,20	0,300	0,20	0,20
Etanol	2,50	1,00	2,50	2,50
1,2 propanodiol	1,14	0,09	1,14	1,14
Hidróxido de sódio	4,60	3,01	4,60	4,60
Mono etanol amina				
Cumeno sulfonato de sódio				
Emulsão de silicone	0,0030	0,0030	0,0030	0,0030
Tintura	0,002	0,00084	0,00084	0,00084
Opacificador (à base de acrilato de estireno)				0,1
Argila de amaciamento bentonítica				
Acilamida/MAPTAC (ex Nalco Chemicals de Naperville, IL)			0,40	
Mirapol 550 (ex Rhodia Chemie, França)	0,40	0,25		
Poliquaternário 10 – hidróxi etil celulose catiônica				0,30
PP-5495(silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)		3,0		
DC 1664 (silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)	3,0		3,0	
Agente perolado*			2,0	
Microcápsulas de perfume** (expressas como	0,9	0,3	0,5	1,2

óleo de perfume)				
Perfume	1,00	0,65	1,00	1,00
Poli etileno imina PM 25000				
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100

* Mica-TiO₂ (Prestige Silk Silver Star ex Eckart) ou BiOCI (Biron Silver CO – Merck) ou EGDS pré-cristalizado (Tegopearl N100 ex Degussa, expresso como EGDS puro)

5 ** Microcápsula adicionada como 35% de pasta fluida ativa (solução aquosa). A razão núcleo/parede pode variar de 80/20 até 90/10 e o diâmetro médio de partícula pode variar de 5 µm a 50 µm, e pode ser purificada através de qualquer dos exemplos acima mencionados.

Exemplos de detergentes líquidos	I	J	K
C14-C15 alquil poli etoxilato (8)	4,00	6,1	
C12-C14 alquil poli etoxilato (7)			2,00
Sal de sulfato de sódio de C12-C14 alquil poli etoxilato (3)	6,78		
Ácido alquilbenzeno sulfonato linear	1,19	7,8	15,0
Ácido cítrico	2,40	2,6	2,50
C12-C18 Ácido graxo	4,48	2,6	11,4
Enzimas		,55	,07
Ácido bórico	1,25	1,50	1,3
Hexametileno diamina trans-sulfatada etoxilada quat	0,71	1,20	
Ácido dietileno triamina penta metileno fosfônico	0,11	0,20	0,7
Abrilhantador fluorescente		0,09	0,14
Óleo de rícino hidrogenado	0,300	0,45	0,09
Etanol	1,00	1,40	0,7
1,2 propanodiol	0,09	3,30	6,7
Hidróxido de sódio	3,01	3,00	5,5
Mono etanol amina		0,50	
Cumeno sulfonato de sódio			1,6
Emulsão de silicone	0,0030	0,0030	0,30
Tintura	0,00084	0,02	0,004
Opacificador (à base de acrilato de estireno)			
Argila de amaciamento bentonítica			3,40

Acrilamida/MAPTAC (ex Nalco Chemicals de Naperville, IL)			
Mirapol 550 (ex Rhodia Chemie, França)			
Poliquaternário 10 – hidróxi etil celulose catiônica	0,18		
PP-5495(silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)			
DC 1664 (silicone ex Dow Corning Corporation, Midland, MI)	3,0		
Agente perolado*	0,2		
Microcápsulas de perfume** (expressas como óleo de perfume)	0,2	0,45	0,75
Perfume	0,65	0,5	1,0
Poli etileno imina PM 25000			0,08
Água	Até 100	Até 100	Até 100

<u>Exemplos de detergentes líquidos</u>	L	M**	N
C14-C15 alquil poli etoxilato (8)	3,7		20,7
C12-C14 alquil poli etoxilato (7)		16,7	
Sal de sulfato de sódio de C12-C14 alquil poli etoxilato (3)	17,8		5,5
Ácido alquilbenzeno sulfonato linear	12,5	22,9	13,5
Ácido cítrico	3,9		1,7
C12-C18 Ácido graxo	11,1	18	5,1
Enzimas	3	1,2	3
Ácido bórico	0,5		0,5
Hexametileno diamina trans-sulfatada etoxilada quat	3,25		1,2
PEI 600 EO20	1,25		1,2
Ácido dietileno triamina penta metileno fosfônico ou HEDP	1,6		0,85
Abrilhantador fluorescente	0,2	0,3	0,14
Óleo de rícino hidrogenado		0,2	
1,2 propanodiol	4,3	20,3	11,7
Hidróxido de sódio		1,0	3,9

Mono etanol amina	9,8	6,8	3,1
Tintura	Presente	Presente	Presente
PDMS		2,15	
Sulfito de potássio		0,2	
Microcápsulas de perfume** (expressas como óleo de perfume)	1,6	1,5	1,4
Perfume	1,2	1,6	1,0
Ácido fenil borônico form.			Presente
Água	Até 100	Até 100	Até 100

* Microcápsula adicionada como 35% de pasta fluida ativa (solução aquosa). A razão núcleo/parede pode variar de 80/20 até 90/10 e o diâmetro médio de partícula pode variar de 5 µm a 50 µm, e pode ser purificada através de qualquer dos exemplos acima mencionados.

5 ** Detergente líquido de baixo teor de água em unidose/sachê de álcool polivinílico.

EXEMPLO 16:

Uma pasta fluida de microcápsula de perfume a 25,36% foi bombeada para dentro de uma centrífuga de pilha de discos hermética (Alfa Laval modelo VO194) a 9,1 kg/min (20,1 lbs/min) usando uma bomba de deslocamento positivo. A centrífuga foi girada a 5138 rpm com uma força de ação de 5030 g. As razões externas foram ajustadas a 48:52 (leve a pesada) controlando-se a pressão traseira sobre a corrente pesada a 193,0 kPa manométrico (28 psig) e a fase leve foi aberta à atmosfera ou 0 kPa manométrico (0 psig). O fluxo de corrente leve foi mensurado a 4,3 kg/min (9,6 lbs/min) e a corrente pesada foi 47,6 kg/min (10,5 lbs/min). Os sólidos da corrente leve foram mensurados a 47,66% e pesada a 4,77%. A pasta fluida de entrada tinha um tamanho de partícula médio ponderado numérico de 4,05 microns. A fase leve separada tinha um tamanho de partícula médio ponderado numérico de 10,00 microns e a fase pesada tinha um tamanho de partícula médio ponderado numérico de 1,43 microns. O conteúdo de perfume da pasta fluida de entrada foi 20,87%. A fase leve separada tinha um conteúdo de perfume de 44,88% e o conteúdo de perfume da fase pesada foi 0,53%. A eficiência da remoção de partícula de casca foi 52,9%.

20 As dimensões e valores descritos aqui não devem ser entendidos como sendo estritamente limitados aos valores numéricos exatos enumerados. Em vez disso, a menos que especificado de outra forma, cada dimensão se destina a significar tanto o valor indicado quando a faixa funcionalmente equivalente que circunda este valor. Por exemplo, uma dimensão descrita como "40 mm" se destina a significar "cerca de 40 mm".

25 Todos os documentos citados na Descrição Detalhada da Invenção são, em parte relevante, incorporados aqui por referência; a citação de qualquer documento não deve ser entendida como uma admissão de que constitui técnica anterior com relação à presente

invenção. Na medida em que qualquer significado ou definição de um termo neste documento esteja em conflito com qualquer significado ou definição do mesmo termo em um documento incorporado por referência, o significado ou definição atribuída a esse termo no presente documento deverá prevalecer.

- 5 Embora modalidades particulares da presente invenção tenham sido ilustradas e descritas, deveria ser óbvio para aqueles versados na técnica que diversas outras alterações e modificações podem ser feitas sem se afastar do espírito e escopo da invenção. Há, portanto, a intenção de cobrir nas reivindicações anexas todas as alterações e modificações similares que estão dentro do escopo desta invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de distribuição de agente de benefício, **CARACTERIZADA** por compreender, com base no peso total da composição de distribuição de agente de benefício:

5 a.) de cerca de 2% a cerca de 95%, de cerca de 20% a cerca de 75%, de cerca de 30% a cerca de 70%, ou até de cerca de 30% a cerca de 65%, de um agente de benefício encapsulado, o dito agente de benefício encapsulado opcionalmente compreendendo uma quantidade suficiente de agente de benefício para proporcionar, com base no peso total da composição de distribuição de agente de benefício, de cerca de 1% a cerca de 85%, de cerca de 8% a cerca de 80%, de cerca de 12% a cerca de 75%, de cerca de 15% a cerca de 10 65%, de cerca de 20% a cerca de 60% ou até de cerca de 25% a cerca de 55% de agente de benefício;

 b.) menos do que cerca de 1% a cerca de 30%, de cerca de 1% a cerca de 20%, de cerca de 2% a cerca de 20%, de cerca de 5% a cerca de 20%, de cerca de 5% a cerca de 15 15% ou até de cerca de 5% a cerca de 12% de partículas de casca; e

 c.) o equilíbrio da dita composição de distribuição de agente de benefício sendo um ou auxiliares e/ou veículos de processamento.

2. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por o dito agente de benefício encapsulado compreender um agente de benefício selecionado a partir do grupo que consiste em perfumes; abrillantadores; repelentes de insetos; silicões; ceras; aromatizantes; vitaminas; agentes amaciantes de tecidos; agentes de cuidado da pele incluindo parafinas; enzimas; agentes antibacterianos; alvejantes e misturas dos mesmos.

3. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por as ditas partículas de casca compreenderem uma resina amino, preferivelmente uma resina melamina e/ou uréia.

4. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por o dito perfume compreender uma matéria-prima selecionada a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II, III e misturas dos mesmos.

5. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por os ditos um ou mais auxiliares de processamento serem selecionados a partir do grupo que consiste em água, materiais inibidores de agregados como sais bivalentes, polímeros de suspensão de sujeira e misturas dos mesmos.

6. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** por os ditos um ou mais veículos serem selecionados a partir do grupo que consiste em solventes polares, incluindo, mas não limitados a, etileno glicol, pro-

propileno glicol, polietileno glicol, glicerol; solventes não-polares incluindo, mas não limitados a, óleo mineral, matérias-primas de perfume, óleos de silicone, óleos parafínicos de hidrocarboneto e misturas dos mesmos.

7. Composição de distribuição de agente de benefício, de acordo com a reivindicação 6, **CHARACTERIZADA** por:

5 a. o dito perfume compreende uma matéria-prima de perfume selecionada a partir do grupo que consiste em matérias-primas de perfume dos Quadrantes I, II, III e misturas das mesmas;

10 b. os ditos um ou mais auxiliares de processamento são selecionados a partir do grupo que consiste em água, materiais inibidores de agregados como sais bivalentes, polímeros de suspensão de sujeira e misturas dos mesmos; e

15 c. os ditos um ou mais veículos são selecionados a partir do grupo que consiste em água, etileno glicol, propileno glicol, polietileno glicol, glicerol; solventes não-polares como óleo mineral, matérias-primas de perfume, óleos de silicone, óleos parafínicos de hidrocarboneto e misturas dos mesmos.

8. Processo, **CHARACTERIZADO** por compreender submeter uma composição de distribuição de agente de benefício compreendendo um ou mais agentes de benefício encapsulados ou mais do que 0,1%, mais do que 2,0%, mais do que 5%, mais do que 10% ou até de mais do que 10% a cerca de 40% de partícula de casca para uma operação selecionada a partir do grupo que consiste em centrifugação, filtração, troca de solvente, evaporação instantânea, decantação, separação por flutuação, secagem por pulverização, adsorção reativa, absorção reativa, separação eletroforética e combinações dos mesmos, por um período de tempo suficiente para reduzir a percentagem das ditas partículas de casca na dita composição de distribuição de agente de benefício em pelo menos 20%, pelo menos 50%, 20 pelo menos 70%, pelo menos 80%, pelo menos 85%, pelo menos 90%, pelo menos 95%, pelo menos 99,9% ou até de cerca de 99,9% a cerca de 99,999%.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CHARACTERIZADO** por compreender centrifugação, a dita centrifugação compreendendo um processo selecionado a partir do grupo que consiste em:

30 a.) centrifugação por bateladas compreendendo aplicar uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício;

35 b.) centrifugação contínua tendo pelo menos um dos seguintes parâmetros de processo:

(i) uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de

20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita composição de distribuição de agente de benefício;

5 (ii) uma viscosidade de fluido de entrada de cerca de 0,1 a cerca de 2000 centipoise, de cerca de 1 a 500 centipoise, de cerca de 10 a 100 centipoise;

(iii) uma velocidade de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,2 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 0,5 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 1 a cerca de 4 metros por segundo, ou até de cerca de 2 a cerca de 3 metros por segundo;

10 (iv) e a pressão de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 69 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 827,4 kPa manométrico (120 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig); e/ou

15 (v) uma queda de pressão através da centrifuga contínua, da entrada para a saída, de cerca de 20,7 kPa manométrico (3 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig), de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig), de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 206,8 kPa manométrico (30 psig), ou
20 até de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig); e

(vi) uma concentração de sólidos da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,5 a 90%, de cerca de 1 a 50%, de cerca de 5 a 40% e de cerca de 10 a 35%;

c.) combinações dos mesmos.

25 10. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por os ditos parâmetros de processo contínuo compreenderem:

a.) uma força centrífuga em múltiplos de gravidade de cerca de 100 a cerca de 20.000, de cerca de 200 a cerca de 10.000, de cerca de 300 a cerca de 9.000, de cerca de 500 a cerca de 8.000, de cerca de 2.000 a cerca de 7.000 múltiplos de gravidade para a dita
30 composição de distribuição de agente de benefício;

b.) uma viscosidade de fluido de entrada de cerca de 0,1 a cerca de 2000 centipoise, de cerca de 1 a cerca de 500 centipoise, de cerca de 10 a 100 centipoise;

c.) uma velocidade de entrada da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,2 a cerca de 5 metros por segundo, de cerca de 0,5 a cerca de 5 metros
35 por segundo, de cerca de 1 a cerca de 4 metros por segundo ou até de cerca de 2 a cerca de 3 metros por segundo;

d.) uma pressão de entrada da composição de distribuição de agente de benefício

de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 827,4 kPa manométrico (120 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig);

e.) uma queda de pressão através da centrífuga contínua, da entrada para a saída, de cerca de 20,7 kPa manométrico (3 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig), de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 275,8 kPa manométrico (40 psig), de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig), ou até de cerca de 67 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig);

f.) uma concentração de sólidos da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 0,5 a 90%, de cerca de 1 a 50%, de cerca de 5 a 40% e de cerca de 10 a 35%.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por compreender um processo de filtração selecionado a partir do grupo que consiste em filtração por bateladas, filtração contínua e combinações dos mesmos; o dito processo compreendendo pelo menos um dos parâmetros de processo a seguir:

a.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro, o dito meio de filtro tendo um tamanho de poro médio que é de cerca de 10 kDa a cerca de 30 microns, de cerca de 300 kDa a cerca de 20 microns, de cerca de 0,15 microns a cerca de 18 microns, de cerca de 5 a cerca de 15 microns;

b.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 689,5 kPa manométrico (100 psig), de cerca de 68,9 kPa manométrico (10 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig) ou até de cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig);

c.) uma taxa de remoção de permeado de cerca de 0,1 kg/min/pés² a cerca de 50 kg/min/pés², de cerca de 0,5 kg/min/pés² a cerca de 30 kg/min/pés², de cerca de 1,0 kg/min/pés² a cerca de 20 kg/min/pés², de cerca de 1,5 kg/min/pés² a cerca de 10 kg/min/pés² ou até de cerca de 2 kg/min/pés² a cerca de 5 kg/min/pés².

12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, **CARACTERIZADO** por compreender os parâmetros de processo a seguir:

a.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro, o dito meio de filtro tendo um tamanho de poro médio que é de cerca de 10 kDa a cerca de 30 microns, de cerca de 300 kDa a cerca de 20 microns, de cerca de 0,15 microns a cerca de 18 microns, de cerca de 5 a cerca de 15 microns;

b.) um diferencial de pressão através de um meio de filtro de cerca de 34,5 kPa manométrico (5 psig) a cerca de 689,5 kPa manométrico (100 psig), de cerca de 68,9 kPa

manométrico (10 psig) a cerca de 551,6 kPa manométrico (80 psig), de cerca de 137,9 kPa manométrico (20 psig) a cerca de 413,7 kPa manométrico (60 psig) ou até de cerca de 206,9 kPa manométrico (30 psig) a cerca de 344,7 kPa manométrico (50 psig);

c.) uma taxa de remoção de permeado de cerca de 0,1 kg/min/pés² a cerca de 50 kg/min/pés², de cerca de 0,5 kg/min/pés² a cerca de 30 kg/min/pés², de cerca de 1,0 kg/min/pés² a cerca de 20 kg/min/pés², de cerca de 1,5 kg/min/pés² a cerca de 10 kg/min/pés² ou até de cerca de 2 kg/min/pés² a cerca de 5 kg/min/pés².

13. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por compreender secar a dita composição de distribuição de agente de benefício, a dita secagem compreender atomizar a dita composição de distribuição de agente de benefício para formar gotículas de composição de distribuição de agente de benefício tendo um tamanho de gotícula de cerca de 2 microns a cerca de 200 microns, de cerca de 10 microns a cerca de 150 microns, de cerca de 15 microns a cerca de 100 microns, de cerca de 20 microns a cerca de 100 microns, de cerca de 30 microns a cerca de 80 microns, de cerca de 50 microns a cerca de 70 microns, as ditas gotículas serem atomizadas em uma unidade de atomização tendo pelo menos uma entrada e uma saída, pelo menos uma das ditas entradas tendo uma temperatura de ar de entrada de cerca de 100 °C a cerca de 280 °C, de cerca de 150 °C a cerca de 230 °C, de cerca de 180 °C a cerca de 210 °C, ou até de cerca de 190 °C a cerca de 200 °C, pela menos uma das ditas saídas tendo uma temperatura de ar de entrada de cerca de 50 °C a cerca de 130 °C, de cerca de 70 °C a cerca de 120 °C, de cerca de 90 °C a cerca de 110 °C ou até de cerca de 95 °C a cerca de 105 °C.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por compreender adsorção /ou absorção compreendendo contatar a dita composição de distribuição de agente de benefício com um meio de adsorção e/ou absorção por de cerca de 5 minutos a cerca de 500 minutos, de cerca de 10 minutos a cerca de 400 minutos, de cerca de 15 minutos a cerca de 300 minutos, de cerca de 20 minutos a cerca de 200 minutos, de cerca de 30 minutos a cerca de 120 minutos, de cerca de 30 minutos a cerca de 60 minutos; a uma temperatura da composição de distribuição de agente de benefício de cerca de 20 °C a cerca de 110 °C, de cerca de 30 °C a cerca de 90 °C, de cerca de 40 °C a cerca de 80 °C, de cerca de 50 °C a cerca de 80 °C, de cerca de 60 °C a cerca de 80 °C, e então separar o dito meio de adsorção e/ou absorção e a dita distribuição de agente de benefício.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** por compreender flutuação e/ou decantação, em que a composição de distribuição de agente de benefício é deixada separar em dois ou mais componentes da composição de distribuição de agente de benefício, um dos ditos componentes compreendendo a maior parte das ditas partículas de casca e um segundo componente compreendendo a maior parte dos ditos agentes de benefício encapsulados, o dito segundo componente compreendendo a dita maior parte do

dito agente de benefício encapsulado é separado do restante dos ditos componentes de distribuição de agente de benefício, em um aspecto, a dita composição de distribuição de benefício é deixada separar por um tempo de cerca de 0,5 hora a cerca de 96 horas, de cerca de 1 hora a cerca de 72 horas, de cerca de 3 horas a cerca de 48 horas, de cerca de 5 horas a cerca de 24 horas, de cerca de 8 horas a cerca de 20 horas, de cerca de 10 horas a cerca de 16 horas ou até de cerca de 12 horas a cerca de 16 horas.

16. Composição de distribuição de agente de benefício, **CARACTERIZADA** por ser fabricada através de um processo compreendendo o processo conforme definido em qualquer uma das reivindicações de 8 a 15.

RESUMO

"PARTÍCULA DE DISTRIBUIÇÃO"

A presente invenção se refere à agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados e processos para fabricar e usar composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados que não requerem ou requerem uma quantidade reduzida de materiais varredores. Tais agentes de benefício encapsulados, composições compreendendo tais agentes de benefício encapsulados são processados de modo que nenhum ou baixos níveis de materiais varredores são necessários.