



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 334 995**

(51) Int. Cl.:

A61K 8/04 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

C11D 3/00 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03778025 .1**

(96) Fecha de presentación : **31.10.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1562542**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **17.08.2005**

(54) Título: **Partículas poliméricas de perfume.**

(30) Prioridad: **01.11.2002 US 423107 P**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
18.03.2010

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
18.03.2010

(73) Titular/es: **THE PROCTER & GAMBLE COMPANY**
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, Ohio 45202, US
BASF SE

(72) Inventor/es: **Jordan, Glenn, Thomas, IV;**
Kluesener, Bernard, William;
Sivik, Mark, Robert;
Santamarina, Vicente;
Dykstra, Robert, Richard;
Lebedev, Nathalia;
Gallon, Lois, Sara;
Baker, Ellen, Schmidt;
Amrhein, Patrick;
Boeckh, Dieter;
Frenzel, Stefan;
Jahns, Ekkehard y
Schwendemann, Volker

(74) Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

DESCRIPCIÓN

Partículas poliméricas de perfume.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un método para fabricar partículas poliméricas de perfume que son útiles como sistema de suministro de materias primas de perfume.

10 **Antecedentes de la invención**

En muchos productos de consumo es deseable que el perfume y especialmente las materias primas de perfume ("MPP") sean liberadas lentamente a lo largo del tiempo. Dado que las materias primas de perfume más volátiles, mencionadas como "notas altas", son responsables del "olor fresco" que los consumidores experimentan, es deseable que las notas altas más volátiles sean liberadas de forma controlada y sostenida. Además, las notas altas a menudo se pierden debido a la evaporación y/o la disolución en medio acuoso.

Un reto para los formuladores es minimizar la pérdida de notas altas estudiando tecnologías que mejoren la deposición de notas altas sobre sustratos, especialmente en presencia de agua o cuando el sustrato es después expuesto al agua o a la humedad. Otro reto para los formuladores es controlar y ampliar la liberación de las notas altas depositadas de manera que el aroma de olor fresco no se agote en una corta ráfaga.

Algunos desarrollos recientes para afrontar estos retos están dirigidos a polimerizar el perfume, especialmente las materias primas de perfume, en una partícula polimérica; detalles de estos desarrollos se describen en WO 01/79303 y EP 925.776. Otros desarrollos están dirigidos a absorber perfume en las partículas poliméricas; detalles de estos desarrollos se describen en US-6.149.375; WO 00/68352; WO 98/28398 y WO 98/28339. Estos desarrollos no han conseguido describir una partícula polimérica que absorba/adsorba de forma selectiva notas altas.

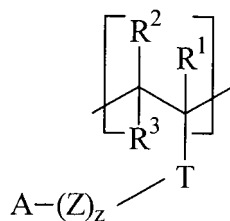
Por tanto, existe la necesidad de disponer de partículas poliméricas de perfume que de forma selectiva absorban/adsorban MPP y de forma eficiente proporcionen las MPP a un sustrato. Además, existe la necesidad de disponer de partículas poliméricas de perfume que tengan una afinidad superior por las MPP de manera que la cantidad de MPP disponible para el suministro al sustrato y la posterior liberación sea mayor. Existe además la necesidad de que estas partículas poliméricas de perfume, una vez depositadas sobre un sustrato, proporcionen una liberación sostenida y controlada de las MPP, especialmente de las notas altas volátiles, durante un período de tiempo prolongado. Existe también la necesidad de composiciones que comprendan estas partículas poliméricas de perfume de manera que la cantidad de MPP que permanece junto con las partículas poliméricas de perfume para añadir durante el lavado, aclarado y secado sea mayor. De forma adicional, también son necesarios procesos para fabricar estas partículas poliméricas de perfume y las composiciones que las contienen.

40 **Sumario de la invención**

La invención se refiere a un método para fabricar una composición para mejorar el suministro de materia prima de perfume, en donde el método comprende las etapas de:

- 45 a) obtener una partícula polimérica de perfume;
- b) añadir la partícula polimérica de perfume a una matriz de producto; y
- 50 c) añadir un ingrediente adyuvante a la matriz de producto,

en donde la partícula polimérica de perfume comprende un polímero, comprendiendo el polímero un monómero catiónico que tiene la fórmula

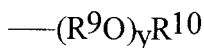


[I]

en donde cada uno de R^1 , R^2 y R^3 se selecciona, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1 - C_6 ; T es un resto sustituido o no sustituido, saturado o insaturado, lineal o ramificado seleccionado del grupo que consiste en

ES 2 334 995 T3

alquilo, cicloalquilo, arilo, alquilarilo, aralquilo, anillo heterocíclico, sililo, sulfonato, alcoxi, ceto, éster, éter, carbonilo, amido, amino, glicidilo, carbanato, carbamato, carboxílico, carboalcoxi y mezclas de los mismos; Z es un resto seleccionado del grupo que consiste en: $-(CH_2)-$, $(CH_2-CH=CH)-$, $-(CH_2-CHOH)-$, $(CH_2-CHNR^4)-$, $-(CH_2-CHR^5-O)-$, y mezclas de los mismos, en donde R^4 y R^5 se seleccionan, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1-C_6 ; z es un número entero de 0 a 12; A es NR^6R^7 o $NR^6R^7R^8$, en donde R^6 , R^7 y R^8 se seleccionan, independientemente entre sí, de H, alquilo C_1-C_8 lineal o ramificado, o alquilenoxi que tiene la fórmula:



en donde R^9 es alquilenos C_2-C_4 lineal o ramificado, carbonilalquilo, o mezclas de los mismos; R^{10} es hidrógeno, alquilcarbonilalquilo C_1-C_4 , o mezclas de los mismos; y es un número entero de 1 a 10,

en donde la partícula polimérica de perfume comprende un perfume, comprendiendo el perfume una materia prima de perfume que tiene un índice Kovats de 1000 a 1400, determinado utilizando una columna DB-5, y

en donde el factor de respuesta (FR) del material polimérico de perfume es al menos 1,5, medido mediante los Protocolos de ensayo de longevidad I o II.

Descripción detallada de la invención

Definiciones

La expresión “no asociado poliméricamente” en la presente memoria significa que el perfume es absorbido en, adsorbido sobre o de otra manera asociado con la partícula polimérica después de que la partícula polimérica se haya formado. En otras palabras, el perfume no está presente durante la polimerización o la fusión de la partícula polimérica. En particular, el perfume se mezcla con partículas poliméricas previamente formadas para producir una partícula polimérica de perfume de acuerdo con el método de la presente invención. Para los fines de la presente invención, la asociación entre el perfume y la partícula polimérica excluye la encapsulación, lo que significa que un polímero rodea casi completamente un perfume en una estructura de tipo núcleo-envoltura.

El término “longevidad” viene indicado por una mejora y/o aumento de la cantidad de materia prima de perfume que es liberada de un sustrato en cualquier momento después del contacto con un sistema de suministro de agente beneficioso.

La expresión “sistema de suministro de agente beneficioso” en la presente memoria se refiere a una composición de perfume que comprende una materia prima de perfume, una partícula polimérica y, de forma opcional un ingrediente adyuvante, combinados para aumentar o mejorar la deposición de materia prima de perfume sobre un sustrato y/o la liberación de materia prima de perfume de un sustrato en cualquier momento después de que dicho sustrato haya sido expuesto a dicho sistema de suministro de agente beneficioso.

Perfume

Los perfumes o aceites perfumados comprenden materias primas de perfume (“MPP”) así como otros materiales menos volátiles. Las MPP se identifican por su punto de ebullición (P.E.), su coeficiente de reparto octanol/agua (P) y sus índices Kovats.

El punto de ebullición de muchos ingredientes de perfume se encuentran en, p. ej., “Perfume and Flavor Chemicals (Aroma Chemicals)”, Steffen Arctander, publicada por el autor en 1969.

El coeficiente de reparto octanol/agua de un material es la relación entre sus concentraciones en equilibrio en octanol y en agua. El coeficiente de reparto octanol/agua puede de forma alternativa ser expresado a escala logarítmica en base 10, como $\log P$ y, cuando se notifica el valor calculado, como ClogP . Los ingredientes de perfume adecuados para usar en esta invención de forma típica tienen un $\log P$ de menos de aproximadamente 3.

Se han descrito valores $\log P$ de muchos ingredientes de perfume; por ejemplo, la base de datos Pomona92, comercializada por Daylight Chemical Information Systems, Inc. (Daylight CIS), Irvine, California, contiene muchos valores $\log P$ junto con menciones a la bibliografía original. Sin embargo, los valores $\log P$ se calculan de forma más conveniente mediante el programa “ClogP”, también comercializado por Daylight CIS. Este programa también incluye valores $\log P$ experimentales si están disponibles en la base de datos Pomona92. El “ $\log P$ calculado” (ClogP) se determina mediante el método de fragmentos de Hansch y Leo (A. Leo, Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol. 4, C. Hansch, P. G. Sammens, J. B. Taylor y C. A. Ramsden, Eds., pág. 295, Pergamon Press, 1990). El método de fragmentos moleculares está basado en la estructura química de cada ingrediente de perfume y tiene en cuenta el número y el tipo de átomos, la conectividad atómica y los enlaces químicos. Los valores ClogP , que son las estimaciones más fiables y más utilizadas para esta propiedad fisicoquímica y son preferibles a los valores experimentales $\log P$ a la hora de seleccionar los ingredientes de perfume útiles para la presente invención.

ES 2 334 995 T3

El sistema de índice de retención Kovats es un método exacto para notificar datos de cromatografía de gases (CG) para la identificación de sustancias entre laboratorios. Se utiliza para eliminar los efectos de los parámetros de instrumentos sobre las relaciones entre el tiempo de retención y la identificación química mediante CG. Se han notificado índices Kovats (IK o I) de muchos ingredientes de perfume. El índice Kovats de una sustancia desconocida

5 puede ser calculado mediante la siguiente ecuación:

$$10 \quad I = 100 \left[n + (N - n) \frac{\log t'_t(\text{desconocido}) - \log t'_t(n)}{\log t'_t(N) - \log t'_t(n)} \right]$$

donde

15 n es el número de átomos de carbono en el alcano *inferior*

N es el número de átomos de carbono en el alcano *superior*

$t'_t(n)$ es el tiempo de retención ajustado del alcano *inferior*

20 $t'_t(N)$ es el tiempo de retención ajustado del alcano *superior*

Se observa que esta ecuación es aplicable a una determinada fase estacionaria en la columna CG. En la anterior ecuación, el índice Kovats para un alcano lineal es igual a 100 veces el número de átomos de carbono. Por ejemplo, el octano tiene un valor IK de 800 y el decano tendría un valor IK de 1000. En otro ejemplo, el octanol tiene un valor IK de 826 en una determinada fase y el hexadecanol tendría un valor IK de 1626. El valor IK utilizado en la presente memoria se determina utilizando el polidimetilsiloxano como fase estacionaria no polar en la columna (mencionada como "columna DB-5").

30 *MPP representativas se presentan en la Tabla IK presentada en la presente memoria.*

IK muy bajo (VLKI)			
MPP	Valor IK	Nº CAS	Pm
Acetato de etilo	604	141-78-6	88,1
Propanoato de metil-2-metilo	685	547-63-7	102,1
3-Hidroxi-2-butanona	718	513-86-0	88,1
1-Hexen-3-ol	789	4798-44-1	100,1
Propanoato de propilo	812	106-36-5	116,1
Butirato de etil 2-me	849	7452-79-1	130,1
(Z)-3-hexen-1-ol	858	928-96-1	100,1
Butirato de propilo	898	105-66-8	130,1
alfa-Pineno	937	80-56-8	136,1
IK bajo (IKB)			
beta-Pineno	1002	127-91-3	136,1
Limoneno	1033	138-86-3	136,1
Alcohol bencílico	1037	100-51-6	108,1
Melonal	1055	106-72-9	140,1
Di-hidromircenol	1072	18479-58-8	156,2
Metilbenzoato	1081	93-58-3	136,1
Linalol	1100	78-70-6	154,1

ES 2 334 995 T3

	Ligustral	1090, 1119	68039-49-6	138,1
5	Cinamato de metilo	1113	103-26-4	162,1
	Alcohol feniletílico	1122	60-12-8	122,1
	Citronelal	1155	106-23-0	154,1
10	Acetato de bencilo	1164	140-11-4	150,1
	l-carvona	1227	6485-40-1	150,1
	Citronelol	1237	106-22-9	156,2
15	Citral	1254	5392-40-5	152,1
	Aldehído anísico	1271	123-11-5	136,2
20	Geraniol	1275	106-24-1	154,1
	Benzoato de etilo	1300	93-89-0	150,1
	Antranilato de metilo	1359	134-20-3	151,2
25	Eugenol	1364	97-53-0	164,1
	Beta damascenona	1386	23726-93-4	190,1
	Delta-damascona	1394	71048-82-3	192,2
30				
	IK medio (MKI)			
35	MPP	Valor IK	N° CAS	Pm
	Vainillina	1410	121-33-5	152,0
40	Alfa-ionona	1425	127-41-3	192,2
	Acetato de flor	1443	2500-83-6	192
	Gamma ionona	1445	79-76-5	192,2
45	Propionato de geranilo	1476	105-91-9	210,2
	Beta-ionona	1493	14901-07-6	192,2
	Sandalor	1512	065113-99-7	210,2
50	Acetato de geranilo	1577	105-87-3	196,1
	Helional	1589	1205-1 7-0	192,1
55				
	IK alto (IKA)			
	MPP	Valor IK	N° CAS	Pm
60	Cinamato de metil-(E)	1700	1754-62-7	162,1
	Iso E Super	1703	54464-57-2	234,2
	Salicilato de hexilo	1713	6259-76-3	222,1
65	Delta dodecalactona	1713	713-95-1	198,2

ES 2 334 995 T3

	Ácido nonanoico	1762	112-05-0	158,1
5	Aldehído hexilcinámico	1770	101-86-0	216,2
	Benzoato de bencilo	1791	120-51-4	212,1
	Acetato de cedrilo	1811	77-54-3	264,2
10	Ambrox	1812	100679-85-4	236,2
	Exaltolide	1876	106-02-5	240,2
	Benzoato de feniletilo	1887	94-47-3	226,2
15	Galaxolide	1893	1222-05-5	258,2
	Exaltenone	1901	14595-54-1	222,2
20	Isoeugenol	1902	97-54-1	164,1
	Salicilato de bencilo	1904	118-58-1	228,1
	Acetato de feniletilfenilo	1945	102-20-5	240,1
25	Almizcle C14/Zenolide	1959	54982-83-1	256,2
	Benzoato de geranilo	1985	100012-96-0	258,2
	Salicilato de feniletilo	1987	87-22-9	242,1
30	(E,E)-farnesol	2002	106-28-5	222,2
	Brasilato de etileno	2060	105-95-3	270,2
	Tetradecanol	2116	4706-81-4	214,2
35	Fitol	2128	7541-49-3	296,5
	Acetovanillona	2292	498-02-2	166,1

Para esta invención y para los protocolos de ensayo descritos en la presente memoria, MPP de bajo IK se refiere a MPP que tienen un índice Kovats entre 1000 y 1400, y MPP de alto IK se refiere a MPP que tienen un índice Kovats superior a 1700.

El perfume asociado con la partícula polimérica utilizada en el método de la presente invención comprende MPP que tienen una o más de las siguientes características: un peso molecular de menos de aproximadamente 200, un punto de ebullición inferior a aproximadamente 250°C (medido a la presión normal convencional), un ClogP de menos de aproximadamente 3 o un índice Kovats de menos de aproximadamente 1700. Estas MPP son a menudo mencionadas como las “notas altas”.

Ejemplos no limitativos de MPP adecuadas para su uso en la presente invención incluyen, aunque no de forma limitativa, benzaldehído, acetato de bencilo, levo-carvona, geraniol, hidroxicitronelal, cis-jasmona, linalol, nerol, alcohol feniletílico, alfa-terpineol, eugenol, iso-eugenol, indol, cinamato de metilo, antranilato de metil-N-metilo, vainillina, acetato de isobornilo, carvacrol, alfa-citronelol, citronelol, aldehído anísico, acetato de linalilo, antranilato de metilo, acetato de flor y di-hidromircenol.

En una realización, las MPP se seleccionan del grupo que consiste en: benzaldehído, acetato de bencilo, levo-carvona, geraniol, hidroxicitronelal, cis-jasmona, linalol, nerol, alcohol feniletílico, alfa-terpineol, di-hidromircenol, citronelol, aldehído anísico, acetato de linalilo, antranilato de metilo, acetato de flor y mezclas de los mismos.

Protocolo I

Ensayo de deposición y suministro de perfume

Las partículas poliméricas de perfume útiles en las composiciones de perfume preparadas por el método de la presente invención abarcan partículas poliméricas de perfume que mejoran/aumentan el nivel de materias primas de perfume depositadas sobre y/o liberadas desde un sustrato.

ES 2 334 995 T3

Para los fines de determinar si las partículas poliméricas de perfume mejoran/aumentan la deposición sobre y/o la liberación desde un sustrato, se proporcionan los siguientes protocolos de ensayo. Se utiliza un artículo textil en un medio acuoso como el sustrato para los fines de estos protocolos de ensayo. Pueden utilizarse los siguientes protocolos de ensayo para determinar si una partícula polimérica de perfume cae dentro del ámbito del método de la presente invención. Una partícula polimérica de perfume cae fuera del ámbito del método de la presente invención cuando todos los protocolos de ensayo siguientes así lo indican.

Protocolo IA

Ensayo de suministro de acorde de perfume o longevidad

Cada sistema de suministro de agente beneficioso que comprende una materia prima de perfume y una partícula polimérica es analizado de acuerdo con el protocolo IA. Cada materia prima de perfume (MPP) que se encuentra habitualmente en un perfume es analizada con cada partícula polimérica (PP) para determinar si la combinación (MPP-PP) presenta una mejora y/o un aumento del nivel de MPP suministrado y/o una longevidad mayor a la obtenida con la MPP sola.

Muchas MPP, tales como las disponibles en un acorde de perfume comercial, pueden ser analizadas juntas en presencia de una o más partículas poliméricas (PP) siempre que las mediciones analíticas (tales como cromatografía) no se vean comprometidas por esta combinación.

Por ejemplo, un sistema de suministro de MPP que contiene tres MPP y una partícula polimérica única (PP¹) requiere la realización del siguiente ensayo de variable única: la muestra, que contiene MPP¹-PP¹, MPP²-PP¹ y MPP³-PP¹, se compara con el control, que contiene MPP¹, MPP² y MPP³, siempre que dichas MPP sean separables mediante cromatografía de manera que la cantidad de cada MPP pueda ser determinada en presencia de las demás. Las materias primas de perfume que no son separables entre sí mediante cromatografía deben ser analizadas en pruebas separadas.

En otro ejemplo donde MPP¹ y MPP³ no son separables, debe realizarse una de las siguientes pruebas:

- I. muestra (MPP¹-PP¹ y MPP²-PP¹) frente a control (MPP¹ y MPP²) y muestra (MPP³-PP¹) frente a control (MPP³); o
- II. muestra (MPP²-PP¹ y MPP³-PP¹) frente a control (MPP² y MPP³) y muestra (MPP¹-PP¹) frente a control (MPP¹); o
- III. muestra (MPP¹-PP¹) frente a control (MPP¹), muestra (MPP²-PP¹) frente a control (MPP²) y muestra (MPP³-PP¹) frente a control (MPP³).

La MPP en cualquier ensayo no debería estar presente en una concentración mucho mayor que la concentración de otra MPP en el mismo ensayo para que los resultados no se vean afectados (es decir, de forma que los resultados sean significativamente diferentes a cuando las MPP son analizadas por separado). De forma típica, cuando las concentraciones de las MPP están dentro de un factor de aproximadamente 10, no parece que los resultados resulten afectados por la presencia de otras MPP en el mismo ensayo. Si los resultados del ensayo parecen verse afectados, entonces deberán realizarse pruebas separadas para las MPP.

(a) Concentración de la muestra

Las concentraciones de MPP y PP que deben ser utilizadas en el ensayo de longevidad (EL) son las concentraciones más bajas en una serie de soluciones preparadas a partir de una solución problema inicial (SP₀), en la que cada MPP de la solución problema es detectada en la muestra de espacio de cabeza recogida en el sustrato tratado en uno o más de los tiempos de medición designados. Si esta condición no es cumplida por SP₀, se duplican las concentraciones de MPP y PP en la solución problema y la nueva solución (SP₁) se analiza de la misma forma. El proceso se repite hasta que la anterior condición de detección de MPP se vea satisfecha. Las concentraciones de MPP y PP en la solución problema (SP_n) que cumplen la anterior condición de detección de MPP están relacionadas con las concentraciones de MPP y PP en SP₀ según la siguiente ecuación:

$$[\text{MPP}, \text{PP}] \text{ en } \text{SP}_n = 2^n [\text{MPP}, \text{PP}] \text{ en } \text{SP}_0; \text{ donde } n = 0, 1, 2, 3 \dots$$

En algunos casos, el proceso de duplicar la concentración se repite hasta que la concentración de las MPP y PP superen ambas el 5% en peso de la solución problema y la anterior condición de detección de MPP aún no se haya cumplido. A continuación, pueden utilizarse las siguientes alternativas para realizar el ensayo. La alícuota de SP_n transferida sobre el sustrato se aumenta de 1,0 ml a 3 ml, después a 10 ml, o el tamaño del sustrato se aumenta a 1,0 g, 3 g, después a 10 g, hasta que (i) se cumpla la anterior condición de detección de MPP, o (ii) con respecto a una MPP individual que tenga una concentración mayor que 0,1% en peso del perfume, se cumpla al menos una de las dos siguientes condiciones alternativas:

- (1) al menos el 80% de las MPP de bajo IK en la solución problema y al menos el 80% de las MPP de alto IK en la solución problema son detectadas en la muestra de espacio de cabeza recogida en el sustrato tratado en uno o más de los tiempos de medición designados; o

ES 2 334 995 T3

- (2) al menos 10 de las MPP de bajo IK en la solución problema y al menos 5 de las MPP de alto IK en la solución problema son detectadas en la muestra de espacio de cabeza recogida en el sustrato tratado en uno o más de los tiempos de medición designados.

(b) *El método de ensayo*

La solución problema se prepara disolviendo o mezclando MPP y PP que deban ser analizadas juntas en una composición a concentraciones iguales a las utilizadas en un producto de consumo, tal como un detergente para lavado de ropa. Por ejemplo, las concentraciones de MPP y PP en un producto de consumo pueden ser 2,0% y 4,0% en peso del producto, respectivamente. La solución se aísla de la atmósfera y se envejece durante 24 horas a temperatura ambiente para obtener la solución problema inicial, denominada SP₀.

Se corta un círculo de tejido de 4 cm de diámetro, que pesa de 0,45 a 0,65 g, en una bayeta de algodón/rizo de fibra 86/14 (adquirida a EMC, 7616 Reinhold Drive, Cincinnati, OH 45237) y que se utiliza como el sustrato del ensayo. Los pesos de los sustratos en un ensayo deberían estar dentro de un margen de $\pm 0,02$ g entre sí. Se transfiere con una pipeta una alícuota de 1,0 ml de SP₀ sobre el sustrato, con la pipeta dirigida cerca del centro del sustrato. A continuación, se agrega una alícuota de 1,0 ml de agua desionizada (DI) al sustrato de la misma manera. El sustrato se espuma frotando contra la palma de una mano revestida con guante de nitrilo durante 1 minuto. El sustrato es después colocado en un frasco que contiene 40 ml de agua desionizada a 35°C; después se tapa el frasco y se agita durante 30 segundos. El sustrato es después retirado con unos fórceps y se deja secar suavemente sobre toallitas de papel para eliminar el exceso de agua. El sustrato tratado con las etapas anteriores (incluida carga con solución problema, dilución, espumado/lavado y aclarado) se deja expuesto a la atmósfera en condiciones ambientales para que se seque al aire durante el período de tiempo especificado. Después, se analiza el sustrato mediante cromatografía de gases por inyección de espacio de cabeza (HSGC) para determinar la cantidad de cada materia prima de perfume en el espacio de cabeza en cada uno de los puntos de medición siguientes: 2, 6 y 24 horas.

(c) *Cromatografía de gases por inyección de espacio de cabeza (HSGC)*

Un equipo adecuado ha sido descrito por S. Maeno y P.A. Rodríguez en J. Chromatography, vol. A731 (1996) páginas 201-215. El equipo incluye:

- 1) un colector de espacio de cabeza para contener el sustrato (tratado y secado con aire como se ha descrito anteriormente) y permitir que las MPP se fraccionen en el espacio de cabeza y alcancen el equilibrio;
- 2) una trampa que contiene un polímero poroso capaz de conservar materiales aromáticos (tales como perfume o materias primas de perfume);
- 3) un dispositivo de transferencia para transferir los vapores atrapados en el espacio de cabeza a un CG para su análisis cuantitativo; y
- 4) CG-EM con funcionalidad de detección de espacio de cabeza y con helio como fase móvil.

Un sustrato, que ha sido tratado y secado con aire durante un período de tiempo específico como se ha descrito anteriormente, se coloca en un colector de espacio de cabeza y se deja fraccionar y alcanzar el equilibrio, lo que dura aproximadamente dos horas. Una vez equilibrado, una trampa que contiene un polímero poroso capaz de conservar materiales de aroma, preferiblemente malla Tenax® TA 35/60 (comercializada por Gerstel, Inc., Baltimore, DM), se une de forma operativa al colector del espacio de cabeza para capturar los vapores equilibrados del espacio de cabeza. Se utiliza un dispositivo de transferencia para transferir los vapores del espacio de cabeza atrapados, que contienen materias primas de perfume, a un CG para su análisis cuantitativo. Este dispositivo puede calentar la trampa de polímero poroso que contiene los vapores recogidos del espacio de cabeza y transferir los vapores a una trampa fría enfriada a una temperatura inferior a aproximadamente -100°C (generalmente con nitrógeno líquido). Una vez completada la transferencia a la trampa fría, ésta se trata con calentamiento diferencial durante un corto período de tiempo, de forma típica aproximadamente 1 minuto, hasta una temperatura de aproximadamente 280°C, produciendo la transferencia de los vapores del espacio de cabeza directamente a una columna CG capilar.

Una columna típica tiene 30-60 metros de largo con un diámetro interno de 0,18-0,32 mm, con una fase estacionaria que puede ser 100% de dimetilpolisiloxano (columna DB-5) o fenilmetilpolisiloxano que contiene aproximadamente 5% de fenilo. La CG-EM es capaz de identificar y cuantificar MPP de tipo aldehído o cetona. La identificación se realiza mediante espectrometría de masas y la cuantificación se realiza utilizando un detector separado, tal como un detector FID (ionización por llama) o un detector PID (fotoionización). Las condiciones CG/EM específicas se describen a continuación.

Los componentes de perfume se separan en una columna DB-5 (dimetilsiloxano, 60 m x 0,32 mm, 0,25 μ m) en modo división a EM (para identificación) y FID (para cuantificación). Las condiciones cromatográficas son las siguientes: la muestra se mantiene a una temperatura del horno de aproximadamente 35°C durante 2 min., después la CG se programa para aumentar hasta 200°C a una velocidad de 4°C/min., seguido de un aumento a 325°C a una velocidad de 10°C/min. La presión de entrada se mantiene constante a 94,5 kPa (13,7 psi (9,45 N/m²)), equivalente a

ES 2 334 995 T3

un flujo de gas inerte (p. ej., helio) de aproximadamente 2,4 ml/min. Las condiciones EM son las siguientes: intervalo de escaneado de 35 a 400 amu (unidades atómicas). La línea de transferencia se mantiene a aproximadamente 250°C.

Las mediciones cuantitativas deberían ser reproducibles en el 20% de la media de los ciclos. Si el resultado de un determinado ciclo no está dentro de dicho intervalo, los datos de dicho ciclo deberían ser desechados y el ensayo repetido. Se registra la media de al menos 3 ciclos satisfactorios.

(d) Resultados ilustrativos

Se prepara una solución problema SP_n que cumple la condición de detección de MPP anterior u otras condiciones alternativas. Se prepara una segunda solución problema SP_c que contiene todos los componentes de SP_n a las mismas concentraciones que en SP_n salvo que las partículas poliméricas no están incluidas. Se realiza un procedimiento idéntico utilizando una solución (SP_c) que no contiene partículas poliméricas (PP). La solución SP_c sirve como solución control en el ensayo. Los datos se recogen en idénticas condiciones de ensayo para un determinado conjunto de soluciones problema (SP_c y SP_n) como se ha descrito anteriormente y se analizan mediante cromatografía de gases por inyección de espacio de cabeza (HSGC) para determinar la cantidad de cada MPP en el espacio de cabeza en cada uno de los tres puntos de medición designados: 2, 6 y 24 horas. Las tablas siguientes muestran el tipo de resultados que pueden obtenerse en un ensayo de longevidad en el punto de medición de 24 horas:

Recuento de área HSGC para MPP con un valor IK bajo* (IKB) con y sin PP ¹					
MPP ¹		MPP ²		MPP ³	
SP _c	SP _n	SP _c	SP _n	SP _c	SP _n
38.000	418.000	250.00 0	250.000	55.000	275.000
FR = 11x		FR = 1,0x		FR = 4,1x	
FRP _{IKB} = Factor de respuesta promedio (SP _n / SP _c) = 5,4					

Recuento de área HSGC para MPP con un valor IK alto* (IKA) con y sin PP ¹					
MPP ⁴		MPP ⁵		MPP ⁶	
SP _c	SP _n	SP _c	SP _n	SP _c	SP _n
110.000	143.000	10.000	12.000	550.000	550.000
FR = 1,3 veces		FR = 1,2 veces		FR = 1,0 vez	
FRP _{IK_A} = Factor de respuesta promedio (SP _n / SP _c) = 1,2					

en donde el factor de respuesta (FR) es la relación entre la cantidad de agente beneficioso (p. ej., materia prima de perfume) en el espacio de cabeza recogida en un sustrato tratado con muestra SP_n a un tiempo de medición específico comparado a la cantidad del mismo agente beneficioso en el espacio de cabeza recogida en un sustrato tratado con SP_c en el mismo tiempo de medición; y el factor de respuesta promedio (FRP) es la media de los FR de todas las MPP medidas en la solución problema.

Una ventaja de longevidad de una partícula polimérica de perfume se confirma para una determinada MPP cuando, en cualquiera de los tres puntos de medición designados, el FR de la MPP en cuestión es al menos aproximadamente 1,5, preferiblemente al menos aproximadamente 3, más preferiblemente al menos aproximadamente 5, y con máxima preferencia al menos aproximadamente 10. Si se confirma la ventaja de longevidad, entonces puede utilizarse la partícula polimérica de perfume en el método de la presente invención.

Por ejemplo, los datos en las tablas anteriores confirman una ventaja de longevidad para MPP¹ y MPP³ en presencia de PP¹ porque en el tiempo de secado con aire igual a 24 horas, ambas MPP/PP presentan un recuento de área HSGC mayor (al menos aproximadamente 1,5 veces) para SP_n que para SP_c .

ES 2 334 995 T3

De forma adicional, una partícula polimérica de perfume cae dentro del ámbito de la presente invención si se confirma la ventaja de longevidad para la mezcla MPP. La ventaja de longevidad para una mezcla MPP se confirma cuando, en cualquiera de los tres tiempos de medición designados, los FR o FRP cumplen uno o más de los siguientes requisitos:

1. Cuando el factor de respuesta para una o más materias primas de perfume IKB es mayor que el factor de respuesta para cualquier materia prima de perfume IKA; o
2. Cuando el factor de respuesta para una o más materias primas de perfume IKB es mayor que el factor de respuesta promedio (FRP) para materias primas de perfume IKA; o
3. Cuando el FRP para todas las materias primas de perfume IKB medidas es mayor que el FRP para todas las materias primas de perfume IKA medidas.

Por ejemplo, los datos de las tablas anteriores confirman una ventaja de longevidad para partículas poliméricas de perfume de un acorde de perfume que contiene MPP¹⁻⁶ y PP¹.

Protocolo IB

Ensayo de suministro de acorde de perfume de materia prima o de longevidad

Cada sistema de suministro de agente beneficioso que comprende una partícula polimérica es analizado de acuerdo con el protocolo IB, en donde un acorde, fabricado con materias primas de perfume seleccionadas, es analizado con cada partícula polimérica (PP) para determinar si la combinación de MPP y PP muestra una mejora o un aumento del nivel de MPP suministrado a un sustrato o liberado de un sustrato o un tiempo de liberación sostenida con respecto al obtenido para la MPP sola.

Con el Protocolo IB se deben evaluar un total de 20 MPP (incluidas 10 MPP que tienen un índice Kovats entre 1000 y 1400 y 10 MPP que tienen un índice Kovats mayor que 1700, todas ellas seleccionadas de la tabla de MPP representativas presentada anteriormente en la presente memoria) en las partículas poliméricas de perfume como se ha descrito en el anterior ensayo de longevidad para soluciones problema (SP_n y SP_c) con los siguientes cambios:

La concentración relativa de cada MPP en la mezcla de 20 MPP a ser utilizadas en el ensayo de longevidad es la concentración a la cual al menos 18 de las 20 MPP de la solución problema son detectadas mediante HSGC en al menos uno de los tiempos de medición designados (2, 6 ó 24 horas). Cabe destacar que cuando una MPP tiene un recuento de área HSGC inferior al límite de detección del instrumento, presenta un valor cero en el análisis HSGC y esta MPP será mencionada como una MPP “no detectada”.

- (a) Si esta condición de detección no es cumplida por SP₀, se dobla la concentración general de la MPP en la solución problema y la nueva solución (SP₁) se analiza de la misma manera. El proceso se repite hasta que las soluciones problema (SP_n y SP_c) cumplan la condición de detección presentada anteriormente, siempre que la concentración general de las MPP en cualquiera de las soluciones problema no supere el 5% en peso.
- (b) Si después de ajustar la concentración (hasta un límite del 5% en peso) todavía no se cumple la condición de detección presentada más arriba, es decir, menos de 18 de las 20 MPP en la solución problema son detectadas mediante HSGC en los tiempos de medición designados, las concentraciones relativas de las 20 MPP deberían ser ajustadas aumentando las concentraciones de las MPP no detectadas en la solución problema.
- (c) Si tras aumentar la concentración de una MPP específica no se consigue cumplir la condición de detección mencionada anteriormente, las MPP no detectadas serán manejadas de la forma siguiente:
 - si la MPP no detectada es una MPP de alto IK, ésta debería ser sustituida por una MPP de alto IK alternativa seleccionada de la tabla representativa mostrada en la presente memoria anteriormente; esto se debe a que las partículas poliméricas utilizadas en el método de la presente invención están hechas para tener afinidad por MPP de bajo IK, por lo que la respuesta de la MPP de alto IK es simplemente un control que muestra el nivel de suministro conseguido por la partícula polimérica hacia una MPP que tiene una afinidad baja o nula con la partícula polimérica; y
 - dado que las partículas poliméricas utilizadas en el método de la presente invención deberían de forma deseable tener mayor afinidad por las MPP de bajo IK (es decir, notas altas), puede esperarse que una MPP de bajo IK pueda no ser detectable en SP_c y se vuelva detectable en SP_n, lo que indica que se consigue un mejor suministro de dicha MPP al sustrato en presencia de la partícula polimérica; en esta situación, la MPP de bajo IK de interés no debería ser sustituida y en su lugar debería definirse el factor de respuesta para esta MPP como 10 veces.

ES 2 334 995 T3

- (d) Además, si cualquiera de las 20 MPP presenta un recuento de área HSGC en SP_n (la solución problema) menor que el recuento de área HSGC en SP_c (la solución control), el valor del factor de respuesta para estas MPP debe definirse como 1,0 vez.

5 La siguiente tabla muestra el tipo de resultados que pueden obtenerse con un ensayo de longevidad en el tiempo de medición de 24 horas:

	Recuento de área HSGC para MPP con un valor IK bajo con y sin PP ¹					
10	MPP ¹		MPP ²		MPP ³	
	SP _c	SP _n	SP _c	SP _n	SP _c	SP _n
	ND	418.000	250.000	250.000	55.000	275.000
15	FR = SP _n / SP _c = 10x		FR = SP _n / SP _c = 1,0x		FR = SP _n / SP _c = 4,1x	
	FRP _{IKB} = factor de respuesta promedio (SP _n / SP _c) = 5,0					

20 ND = No detectado.

En el método de la presente invención pueden utilizarse partículas poliméricas cuando el FRP notificado para 10 de las MPP de índice Kovats bajo (IKB) es mayor que el FRP notificado para 10 de la MPP de índice Kovats alto (IKA). En particular, la relación FRP_{IKB}/FRP_{IKA} es al menos aproximadamente 1,2, preferiblemente al menos aproximadamente 2 y más preferiblemente al menos aproximadamente 4. Además, esta relación también muestra una mayor selectividad o afinidad de las partículas poliméricas por las MPP de bajo IK que por las MPP de alto IK.

Protocolo II

30 *Deposición de perfume*

Los tejidos son tratados en las condiciones de lavado de ropa normales del consumidor utilizando producto suavizante de tejidos que contiene 2% en peso de las partículas poliméricas de perfume preparadas para el Protocolo I anterior. Una condición de lavado de ropa normal para el consumidor incluye 3,2 Kg de carga de ropa lavada en 64 litros de agua (dureza de 6 granos por galón) a 32°C y aclarada en agua (dureza de 6 ppg) a 21°C, en donde la carga de ropa de forma típica incluye nueve camisetas de algodón grandes (100% algodón), siete fundas de almohada de polialgodón, siete toallas de mano de polialgodón, cuatro trapos de tejido de rizo 100% algodón y cuatro trapos de tejido de rizo 86/14 algodón/poli (igual que el tejido utilizado en el Protocolo IA). La deposición de perfume se mide mediante el análisis de extracción de tejido por el cual se colocan 0,2 gramos de tejido de la bayeta de algodón/rizo de 86/14 en un tubo de vidrio y se calienta durante 20 minutos purgando al mismo tiempo con 50 ml/min de helio. El extracto de perfume se recoge en una trampa Tenax[®] TA 60/80 (comercializada por Gerstel, Inc. de Baltimore, DM) y después se analiza mediante CG/EM para cuantificar la cantidad de cada MPP presente. Los resultados se comparan con los tejidos tratados con un producto suavizante de tejidos que contiene el mismo nivel de perfume pero sin partículas poliméricas. Los aumentos típicos del nivel de MPP de notas altas proporcionados por la presente invención oscilan de aproximadamente 3 veces a aproximadamente 1000 veces, preferiblemente de aproximadamente 5 veces a aproximadamente 500 veces, más que en el tejido tratado con producto suavizante que no contiene las partículas poliméricas. También se ha descubierto que en el producto suavizante de tejidos que no contiene partículas poliméricas algunas MPP de notas altas del tejido están por debajo del límite de detección del instrumento CG/EM. Sin embargo, la presencia de partículas poliméricas en el producto suavizante de tejidos aumenta el nivel de estas MPP de notas altas en el tejido por encima del límite de detección.

Protocolo III

55 *Ensayo de afinidad de partículas poliméricas*

Las partículas poliméricas útiles en las composiciones preparadas por el método de la presente invención presentan mayor afinidad por una MPP con un índice Kovats de aproximadamente 1000 a aproximadamente 1400 y una o más de las siguiente características: un peso molecular de menos de aproximadamente 200; un punto de ebullición de menos de aproximadamente 250°C; un ClogP de menos de aproximadamente 3, que por otras MPP que no tienen ninguna de estas características. El siguiente Protocolo de ensayo III de afinidad por partículas poliméricas puede utilizarse para determinar si una partícula polimérica puede ser utilizada en el método de la presente invención.

65 Las partículas poliméricas son cuidadosamente mezcladas (removiendo, agitando y similares) en un producto de consumo líquido que contiene perfume (tal como un suavizante de tejidos líquido). Se deja equilibrar el producto y las partículas poliméricas (p. ej., durante 3-4 días), durante los cuales las partículas poliméricas se asocian (o "cargan") con una o más de las MPP en el perfume. A continuación, el producto y las partículas poliméricas cargadas son

ES 2 334 995 T3

5 separados mediante ultracentrifugación a 40.000 rpm durante 16 horas. Después de la centrifugación el contenido se separa en capas distinguibles, p. ej. una capa lipídica arriba, una capa acuosa en el centro y una capa de partículas en el fondo. Se extrae una muestra de cada capa con un disolvente orgánico adecuado (p. ej. acetona) y se analiza ésta mediante CG/EM para identificar el perfume utilizando las condiciones del instrumento mencionadas anteriormente.

10 La selectividad o afinidad de la partícula polimérica, de acuerdo con los resultados del análisis CG/EM, queda demostrada cuando la capa de partículas del fondo está relativamente enriquecida con MPP que tienen el peso molecular, el punto de ebullición, el ClogP y/o el índice Kovats antes descritos, con respecto a las concentraciones de las mismas MPP en la capa superior o en la capa intermedia. En otras palabras, el FRP de las MPP de bajo IK en la capa de partículas del fondo es al menos aproximadamente 1,2 veces, preferiblemente al menos aproximadamente 4 veces, superior al FRP de las MPP de bajo IK en la capa superior o intermedia.

15 *Partícula polimérica*

La partícula polimérica utilizada en el método de la presente invención es polimerizada a partir de al menos un monómero catiónico según se define en el resumen y preferiblemente uno o más monómeros no catiónicos, más preferiblemente también un monómero reticulante. El proceso de polimerización puede ser cualquier proceso adecuado conocido en la técnica, tal como emulsión, suspensión o polimerización en mini-emulsión. Durante la polimerización puede estar presente un emulsionante o estabilizante para evitar que las partículas poliméricas coagulen y/o precipiten fuera de la solución acuosa en la que las partículas poliméricas se están formando.

25 La partícula polimérica puede ser derivada de una mezcla de monómeros que comprende de aproximadamente 50% a aproximadamente 99,9%, preferiblemente de aproximadamente 60% a aproximadamente 95%, en peso de monómero no catiónicos; de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 50%, preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 10%, en peso de monómeros catiónicos; y de aproximadamente 0% a aproximadamente 25%, preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 10%, en peso de monómeros reticulantes. La relación de peso monómero no catiónico:monómero catiónico:monómero reticulante de la mezcla oscila de aproximadamente 10:0,02:0 a aproximadamente 5:2,5:1.

30 Las partículas poliméricas pueden ser micropartículas o nanopartículas y la partícula polimérica puede tener un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 100 nm a aproximadamente 50 μm , medido mediante dispersión de luz con un analizador de tamaño de partículas Brookhaven o un analizador de tamaño de partículas Horiba. En una realización, la partícula polimérica puede tener un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 1 μm a aproximadamente 39 μm , preferiblemente de aproximadamente 3 μm a aproximadamente 20 μm y más preferiblemente de aproximadamente 5 μm a aproximadamente 12 μm . En otra realización, la partícula polimérica puede tener un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 100 nm a aproximadamente 1 μm , preferiblemente de aproximadamente 200 nm a aproximadamente 900 nm y más preferiblemente de aproximadamente 700 nm a aproximadamente 900 nm.

40 En una realización representativa, las partículas poliméricas tienen una temperatura de transición vítrea (T_g) de aproximadamente 50°C a 150°C, preferiblemente de aproximadamente 80°C a aproximadamente 120°C.

45 En una realización, la partícula polimérica puede comprender un único polímero después de la polimerización de los monómeros. En otra realización, la partícula polimérica puede comprender dos o más polímeros producidos por la reacción (p. ej., injerto) entre el emulsionante o el estabilizante y los monómeros polimerizantes o la partícula polimérica resultante. Por ejemplo, la partícula polimérica puede comprender un primer polímero resultante de la polimerización de los monómeros y un segundo polímero injertado o asociado con el primer polímero, tal como un copolímero de poliestireno y poli(metacrilato de metilo-metacrilato de dimetilaminoetilo).

50 Es deseable que la partícula polimérica sea estable en dispersiones acuosas. También es deseable que la partícula polimérica sea estable dentro de las formulaciones de producto, tales como las composiciones de perfume o las composiciones suavizantes de tejidos que contienen adyuvantes de lavado de ropa, suavizantes de tejidos y similares.

55 La estabilidad de la partícula polimérica puede verse afectada por factores tales como el tamaño de partículas promedio de la partícula polimérica resultante, la carga neta de la partícula polimérica resultante, las interacciones o la compatibilidad entre las partículas poliméricas y otros ingredientes en las composiciones tales como emulsionantes o estabilizantes.

60 En una realización, la partícula polimérica tiene una carga catiónica neta de aproximadamente 20 mV a aproximadamente 80 mV, preferiblemente de aproximadamente 30 mV a aproximadamente 50 mV y más preferiblemente de aproximadamente 35 mV a aproximadamente 45 mV, medida con un analizador de potencial Brookhaven zeta.

65 Para ayudar a estabilizar la partícula polimérica en dispersiones acuosas y/o en formulaciones de producto, tales como composiciones de perfume, puede añadirse un estabilizante, también conocido como estabilizante coloidal, a la dispersión acuosa y/o a la formulación de producto. Es deseable que el estabilizante coloidal sea compatible con otros ingredientes dentro de la dispersión acuosa y/o la formulación de producto.

La partícula polimérica puede ser insoluble en agua. En otras palabras, cuando se añade al agua, la partícula polimérica se separa físicamente del agua (es decir, precipita, flocula, emulsiona o flota) a los 5 minutos de la adición, mientras que un material que es "soluble en agua" no se separa físicamente del agua al cabo de 5 minutos de la adición. No es necesario que la separación física sea visible a simple vista. La separación física puede ser detectable con un instrumento como, p. ej., de dispersión o refracción de luz. Otra forma de describir a los materiales insolubles en agua para los fines de la presente invención es por el hecho de que los materiales insolubles en agua no son solubles en agua destilada (o equivalente), a 25°C, a una concentración superior a aproximadamente 5%, preferiblemente superior a aproximadamente 3% y más preferiblemente superior a aproximadamente 1%, en peso de la mezcla que contiene agua y partículas poliméricas.

La partícula polimérica puede tener un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 1,7E-21 g (1.000 daltons) a aproximadamente 3,3E-18 g (2.000.000 daltons), preferiblemente de aproximadamente 8,3E-21 g (5.000 daltons) a aproximadamente 1,7E-18 g (1.000.000 daltons), más preferiblemente de aproximadamente 1,7E-20 g (10.000 daltons) a aproximadamente 1,2E-18 g (750.000 daltons), más preferiblemente de aproximadamente 3,3E-20 g (20.000 daltons) a aproximadamente 8,3E-19 g (500.000 daltons). El peso molecular promedio en peso de la partícula polimérica puede ser determinado mediante métodos convencionales tales como cromatografía de filtración en gel.

A. Monómero no catiónico

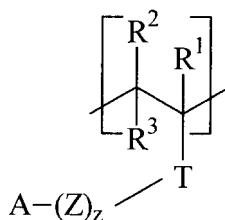
El monómero no catiónico puede ser un monómero que contiene un grupo hidrófobo. Ejemplos del grupo hidrófobo incluyen, aunque no de forma limitativa, alquilos, cicloalquilos, arilos, alquilarilos, aralquilos y mezclas de los mismos.

El monómero no catiónico puede ser un monómero que contiene hidroxilo, un monómero que contiene un grupo aniónico o un monómero de ion híbrido. El monómero no catiónico incluye, aunque no de forma limitativa, acrilato del éter fenílico de etilenglicol (EGPhA), ácido trans-cinámico, acrilato de 2-etilhexilo, y mezclas de los mismos.

Ejemplos no limitativos de monómeros no catiónicos adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-propilo, acrilato de iso-propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, acrilato de bencilo, acrilato de etilhexilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de etilo, metacrilato de iso-propilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de n-butilo, ácido metacrílico, ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida, estireno, α -metil estireno, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, acrilato de hidroxibutilo, metacrilato de hidroxibutilo, acrilato de PEG, fenilmetacrilamida, t-butilmetacrilamida, p-hidroxifenilmetacrilamida, éteres de vinilo, vinil cetonas, acetatos de vinilo, fenoles de vinilo, ácido acilamido-2-metilpropanosulfónico, sulfonato de vinilo, propionato de vinilo, ácido metilalilsulfónico, N-vinilformamida y N-vinilpirrolidona.

B. Monómero catiónico

El monómero catiónico utilizado en la partícula polimérica para el método de la presente invención comprende una unidad catiónica. Para los fines de la presente invención el término "unidad catiónica" se define como un resto que cuando es incorporado a la estructura de la partícula polimérica utilizada para el método de la presente invención, es capaz de mantener una carga catiónica dentro del intervalo de pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 8. La unidad catiónica no necesita ser protonada a cada pH dentro del intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 8. Las unidades que comprenden un resto catiónico en la presente invención tienen la fórmula:



[I]

en donde cada uno de R^1 , R^2 y R^3 se selecciona, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1 - C_6 , y preferiblemente hidrógeno, alquilo C_1 - C_3 , más preferiblemente, hidrógeno o metilo; T es un resto sustituido o no sustituido, saturado o insaturado, lineal o ramificado seleccionado del grupo que consiste en alquilo, cicloalquilo, arilo, alquilarilo, aralquilo, anillo heterocíclico, sililo, nitro, halo, ciano, sulfonato, alcoxi, ceto, éster, éter, carbonilo, amido, amino, glicidilo, carbanato, carbamato, carboxílico, carboalcoxi, y mezclas de los mismos; Z es un resto seleccionado del grupo que consiste en: $-(CH_2)-$, $(CH_2-CH=CH)-$, $-(CH_2-CHOH)-$, $(CH_2-CHNR^4)-$, $-(CH_2-CHR^5-O)-$ y mezclas de

los mismos, preferiblemente $-(CH_2)_z-$, en donde R^4 y R^5 se seleccionan, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1-C_6 , preferiblemente hidrógeno, metilo, etilo; z es un número entero de 0 a 12, preferiblemente de 2 a 10, más preferiblemente de 2 a 6; A es NR^6R^7 o $NR^6R^7R^8$, en donde cada uno de R^6 , R^7 y R^8 se seleccionan, independientemente entre sí, de H, alquilo C_1-C_8 lineal o ramificado, o alquilenoxi que tiene la fórmula:



en donde R^9 es alquilenoxi o carbonilalquilo C_2-C_4 lineal o ramificado; R^{10} es hidrógeno o alquilo C_1-C_4 ; y es de 1 a aproximadamente 10. En una realización, R^6 , R^7 y R^8 son, independientemente entre sí, hidrógeno, alquilo C_1-C_4 . De forma alternativa, NR^6R^7 o $NR^6R^7R^8$ puede formar un anillo heterocíclico que contiene de 4 a 7 átomos de carbono, de forma opcional que contiene heteroátomos adicionales, de forma opcional fusionado a un anillo benceno, y de forma opcional sustituido por hidrocarbilo C_1 a C_8 o acetatos. Ejemplos de heterociclos, tanto sustituidos como no sustituidos, adecuados son indolil, isoindolinil, imidazolil, imidazolinil, piperidinil, pirazolil, pirazolinil, piridinil, piperazinil, pirrolidinil, pirrolidinil, guanidino, amidino, quinidinil, tiazolinil, morfolino y mezclas de los mismos, siendo morfolino y piperazinil los preferidos.

Ejemplos no limitativos de monómeros catiónicos adecuados de la partícula utilizada para el método de la presente invención incluyen, aunque no de forma limitativa, alquilacrilatos de dimetilamina, especialmente etilmetacrilato de dimetilamina, vinilpirrolidonas, vinilimidazoilos, éteres de vinilo que tienen grupos dialquilamino, vinilpiridinas, alquil acrilamidas, dialquilamino alquilacrilamidas y amino alquilacrilamidas.

C. Monómero reticulante

El monómero reticulante puede estar presente en la partícula polimérica utilizada en el método de la presente invención. Ejemplos no limitativos de monómeros reticulantes adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, diacrilato, dimetacrilato, diacrilato de dietilenglicol, divinilbenceno, éter divinílico, dimetacrilato de etilenglicol, triacrilato de pentaeritritol, polialilsacarosa, trivinil benceno, divinil tolueno, trivinil tolueno, dimetacrilato de trietilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, metacrilato de alilo, maleato de dialilo, maleato de trialilo y diacrilato de 1,4-butanodiol, maleato de trialilo, diacrilato de 1,2-etanodiol, diacrilato de 1,3-propanodiol, diacrilato de 1,6-hexanodiol, divinil benceno y diacrilato de etilenglicol.

D. Emulsionante o estabilizante coloidal

Los emulsionantes y/o estabilizantes coloidales adecuados para usar en la presente invención son conocidos en la técnica. Ejemplos no limitativos de estos emulsionantes o estabilizantes coloidales incluyen, aunque no de forma limitativa, metosulfato de ricinoliamidopropiltrimetil-amonio, metilsulfato de cocopentiletoximetil-amonio, cloruro de cocobis(2-hidroxiethyl) metilamonio, bromuro de cetiltrimetilamonio, cloruro de cetilpiridinio, estearato de glicerilo, estearadamidoetil dietilamina, oleilaminas etoxiladas, aminas grasas etoxiladas, aminas grasas cuaternizadas etoxiladas, alcoholes grasos etoxilados, estearato de sorbitán, polisorbato, estearato, dodecilsulfato sódico, sulfato de amonionoxinol, bromuro de dodeciltrimetil amonio, laurilsulfato sódico, laurato sódico, gelatina, poli(alcohol vinílico), almidón aminometilado, copolímeros de poli(alcohol vinílico-co-acetato de vinilo), celulosa modificada, celulosa como carboximetil celulosa, metilcelulosa, hidroxietilcelulosa, polioxietileno, polivinilpirrolidona, copolímeros de polioxietileno-polioxipropileno-polioxietileno, dimeticonas modificadas con poliéter y copolímeros de poliéter-alquilo-dimeticonas, siliconas catiónicas y poliimidas.

Puede utilizarse un estabilizante coloidal para mantener la estabilidad de las partículas en dispersión, especialmente las partículas de mayor tamaño. Los estabilizantes coloidales adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, copolímeros de óxido de propileno-óxido de etileno o polietileniminas injertadas con óxido de etileno-óxido de propileno, éter isooctilfenílico de polioxietileno (X) donde X es un número entero de 20 a 80, alcoholes grasos etoxilados, copolímeros de bloques de politereftalato polietoxilado, polivinilpirrolidona y copolímeros que contienen vinilpirrolidona.

E. Iniciadores

Los iniciadores adecuados para usar en el proceso de polimerización para preparar la partícula utilizada en el método de la presente invención son conocidos en la técnica. Los ejemplos incluyen, aunque no de forma limitativa, iniciadores de tipo persulfato sódico y azo, tales como diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-metilpropionamida); diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano); diclorhidrato de 2,2'-azobis(N,N'-dimetilenisobutiramida); 2,2'-azobis(2-metilbutironitrilo); 2,2'-azobis(4-metoxi-2,4-dimetilvaleronitrilo); y 2-(carbamoilazo)-isobutironitrilo.

ES 2 334 995 T3

Ejemplos ilustrativos para preparar la partícula polimérica

Ejemplo 1

5 *Micropartículas*

1080 g de agua

10 160 g de una solución al 10% de un poli(acetato de vinilo) hidrolizado al 88% (en donde la viscosidad de una solución acuosa al 4% es 40 mPa.s), mencionado de forma alternativa como “poli(alcohol vinílico)”

510 g de metacrilato de metilo

15 60 g de diacrilato de butanodiol

30 g de metacrilato de dimetilaminoetilo

3,8 g de perpivalato de t-butilo

20 Corriente de alimentación 1: 1,08 g de t-butil hidroperóxido, 70% de concentración en agua

Corriente de alimentación 2: 0,38 g de ácido ascórbico, 14 g de agua.

25 Las sustancias anteriores se introducen inicialmente a temperatura ambiente salvo el perpivalato, y se ajusta a un pH de 6 con una concentración al 10% de ácido clorhídrico. El agua y la fase monomérica se dispersan utilizando un agitador para disolución a alta velocidad a 2500 rpm. Al cabo de 40 minutos de dispersar se obtiene una emulsión estable con un tamaño de partículas promedio de 2 a 12 micrómetros (diámetro). Se agrega el perpivalato de t-butilo y la emulsión es primero calentada a 72°C, manteniendo la agitación con un agitador de ancla y después calentada a 85°C durante otros 120 minutos y se mantiene a 85°C durante otros 60 minutos. La dispersión de micropartículas resultante se enfría agitando a 70°C y se agrega la corriente de alimentación 1. La corriente de alimentación 2 se dosifica agitando durante 80 minutos a 70°C. La composición es después enfriada y se obtiene una dispersión de micropartículas con un contenido de sólidos de 31,2% y un tamaño de partículas similar al tamaño de partículas promedio de la emulsión antes de la polimerización.

35

Ejemplo 2

Micropartículas

40 Se repite el ejemplo 1 como se ha descrito con la siguiente mezcla monomérica: 390 g de metacrilato de metilo, 180 g de estireno y 30 g de metacrilato de dimetilaminoetilo. La dispersión de micropartículas resultante tiene un contenido de sólidos de 31,1% y una mediana de tamaño de partículas en volumen de 9,6 μm .

45 Ejemplo 3

Partículas de nanolátex

50 Agua destilada y desionizada (943,85 g) y 37% de ácido clorhídrico (4,95 g) se colocan en un matraz de fondo redondo de tres bocas de 2000 ml equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón. Se agrega metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo (5,26 g) agitando. Se añaden agitando metacrilato de metilo (100,00 g), cloruro de cetilpiridinio (6,0 g) y diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-metilpropionamida) (1,06 g). Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 75°C después de 1 hora. La mezcla se agita durante 16 horas a 70°C y se filtra a través de un embudo de vidrio poroso ASTM de 4-8 μm . Se utiliza una evaporación giratoria a presión reducida para concentrar el producto a una emulsión de nanolátex que tiene aproximadamente 30% de contenido polimérico y un tamaño de partículas promedio de 170 nm (diámetro).

60 Ejemplo 4

Partículas de nanolátex

65 En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 17 g de metacrilato de metilo, 0,4 g de ácido sulfúrico (50%), 4,5 g de estireno, 1,2 g de metacrilato de dimetilaminoetilo, 3,4 g de oleilaminoetoxilato cuaternario (Lipamin OK, solución acuosa al 40%), 7,9 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (V-50, solución acuosa al 2,5%) y 566 g de agua. Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 85°C después de 10 minutos. Se continúa la adición durante 180 min a una velocidad de agitación de 130 rpm de 320,5 g de metacrilato de

ES 2 334 995 T3

metilo, 8,6 g de ácido sulfúrico, 85,5 g de estireno, 64 g de oleilaminoetoxilato cuaternario, 68,9 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (solución acuosa al 2,5%) y 396,7 g de agua desionizada. La mezcla se agita durante 0,5 horas a 85°C. Se obtiene una dispersión acuosa (contenido de sólidos del 30%) con un pH de 5,2 y un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 150 nm (diámetro).

5

Ejemplo 5

Partículas de nanolátex

10 En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 1,5 g de ácido sulfúrico (50%), 20,0 g de poli(alcohol vinílico) (hidrolizado al 88%), 4,0 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (V-50, solución acuosa al 2,5%) y 953 g de agua. Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 85°C después de 10 minutos. La continua adición durante 105 min. a una velocidad de agitación de 150 rpm de 95 g de metacrilato de metilo, 6,25 g de metocloruro de dimetilaminoetilacrilato y 116 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (solución acuosa al 2,5%) produce una dispersión acuosa (contenido de sólidos del 10%) con un pH de 2 y un tamaño de partículas promedio de 110 nm (diámetro).

15

Ejemplo 6

20

Partículas de nanolátex

En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 0,3 g de metacrilato de alilo, 17,5 g de metacrilato de metilo, 0,3 g de ácido sulfúrico (50%), 0,9 g de metacrilato de dimetilaminoetilo, 2,8 g de oleilaminoetoxilato cuaternario (Lipamin OK, solución acuosa al 40%), 6,3 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (V-50, solución acuosa al 2,5%) y 463 g de agua. Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 80°C después de 10 minutos. Se continúa la adición durante 210 min a una velocidad de agitación de 180 rpm de 3,4 g de metacrilato de alilo, 334 g de metacrilato de metilo, 6,1 g de ácido sulfúrico, 52,5 g de oleilaminoetoxilato cuaternario, 56,7 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (solución acuosa al 2,5%) y 326,5 g de agua desionizada. La mezcla se agita durante 0,5 horas a 80°C. Se obtiene una dispersión acuosa (contenido de sólidos del 30%) con un pH de 5,6 y un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 180 nm (diámetro).

25

30

Ejemplo 8

35

Partículas de nanolátex

En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 9,1 g de acrilato de 2-etilhexilo, 10,2 g de metacrilato de metilo, 0,35 g de ácido sulfúrico (50%), 1,0 g de metacrilato de dimetilaminoetilo, 3,8 g de cloruro de cetilpiridinio, 6,3 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (V-50, solución acuosa al 2,5%) y 464 g de agua. Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 80°C después de 10 minutos. Se continúa la adición durante 210 min a una velocidad de agitación de 130 rpm de 174 g de acrilato de 2-etilhexilo, 193,3 g de metacrilato de metilo, 6,1 g de ácido sulfúrico, 3,8 g de cloruro de cetilpiridinio, 63,0 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (solución acuosa al 2,5%) y 360 g de agua desionizada. La mezcla se agita durante 0,5 horas a 80°C. Se obtiene una dispersión acuosa con un contenido de sólidos del 30%, un pH de 6,6 y un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 170 nm (diámetro).

40

45

Ejemplo 9

50

Partículas de nanolátex

En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 7,0 g de ácido acrílico, 20,0 g de metacrilato de dimetilaminoetilo, 253,9 g de agua desionizada, 15,75 g de ácido sulfúrico (50%) y 15,7 g de peroxodisulfato sódico (solución acuosa al 7%). Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 95°C al cabo de 15 minutos y se mantiene durante otros 60 minutos. Se agrega agua desionizada (560 g) y la temperatura se mantiene a 85°C durante 30 minutos. La continua adición durante 120 min a una velocidad de agitación de 150 rpm de 190 g de metacrilato de metilo y 25,1 g de peroxodisulfato sódico (solución acuosa al 7%) proporcionó una dispersión acuosa con un contenido de sólidos del 19,7%, un pH de 2,1 y un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 250 nm (diámetro).

55

60

Ejemplo 10

Partículas de nanolátex

65

En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 7,0 g de ácido acrílico, 20,0 g de metacrilato de dimetilaminoetilo, 253,9 g de agua desionizada, 15,75 g de ácido sulfúrico (50%) y 15,7 g de peroxodisulfato sódico

ES 2 334 995 T3

(solución acuosa al 7%). Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 95°C al cabo de 15 minutos, que se mantiene durante otros 60 minutos. Se agrega agua desionizada (560 g) y se mantiene la temperatura a 85°C durante 30 minutos. La continua adición durante 120 min a una velocidad de agitación de 150 rpm de 190 g de metacrilato de metilo y 25,1 g de peroxodisulfato sódico (solución acuosa al 7%) produce una dispersión acuosa con un contenido de sólidos del 19,7% a un pH de 2,1 y un tamaño de partículas promedio de aproximadamente 250 nm (diámetro).

Ejemplo 11

Partículas de nanolátex

En un matraz de 2 litros equipado con una manta calefactora, un agitador mecánico tipo ancla, un termómetro interno, un condensador de reflujo y una entrada de gas argón se colocan 0,9 g de hidróxido sódico (solución acuosa al 10%), 20,0 g de poli(alcohol vinílico) (hidrolizado al 88%) y 954 g de agua. Se aplica calor agitando y se alcanza una temperatura de 85°C al cabo de 10 minutos. La temperatura se ajusta a 75°C y se agregan 4,0 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano)(solución acuosa al 2,5%). La adición continuada durante 105 min. a una velocidad de agitación de 150 rpm de 95 g de metacrilato de metilo, 5,0 g de dimetilaminopropil metacrilamida y 116 g de diclorhidrato de 2,2'-azobis(2-amidinopropano) (solución acuosa al 2,5%) produce una dispersión acuosa (10% de contenido de sólidos) con un pH de 6,8 y un tamaño de partículas promedio de 133 nm (diámetro).

Composición

La partícula polimérica de perfume utilizada en el método de la presente invención puede ser incorporada junto con uno o más ingredientes adyuvantes para formar una composición que contiene perfume, que se menciona como composición de perfume. Ejemplos de composiciones adecuadas para la incorporación de partículas poliméricas de perfume en la misma se describen en US-4.994.193 y US-5.767.052.

La partícula polimérica de perfume puede estar presente en la composición de perfume a cualquier nivel adecuado, de forma típica está presente a un nivel de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 20%, preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 10% y más preferiblemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 5%, en peso de la composición de perfume.

La composición de perfume de la presente invención puede estar en cualquier forma adecuada, tal como líquidos, geles, espumas, pastas, gránulos y pastillas.

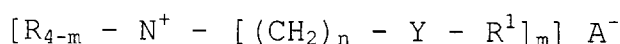
Ingredientes adyuvantes

Ejemplos no limitativos de ingredientes adyuvantes adecuados para su inclusión en las composiciones de perfume preparadas por el método de la presente invención incluyen, aunque no de forma limitativa, tensioactivos, agentes suavizantes de tejidos, agentes reforzadores de las jabonaduras, supresores de las jabonaduras, perfumes, agentes para liberar la suciedad, ácidos grasos, tintes, colorantes, agentes antibacterianos y electrolitos.

Cuando el ingrediente adyuvante es un agente suavizante de tejidos (también mencionado como "sustancia activa suavizante"), la composición de perfume se menciona como composición suavizante de tejidos. La composición suavizante de tejidos puede incluir una composición suavizante de tejidos líquida y una composición suavizante de tejidos líquida para añadir durante el aclarado. En una realización, la relación de peso partícula polimérica de perfume:agente suavizante de tejidos es de aproximadamente 1:10 a aproximadamente 1:0,5, preferiblemente de aproximadamente 1:5 a aproximadamente 1:1. En otra realización, la relación de peso partícula polimérica de perfume:ingrediente adyuvante es de aproximadamente 20:1 a aproximadamente 1:20, preferiblemente de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 1:5.

Ejemplos no limitativos de agentes suavizantes de tejidos adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa: compuestos activos suavizantes de tejidos de diéster amonio cuaternario (DEQA) y compuestos de amonio policuaternario.

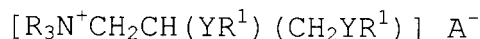
(1) El primer tipo DEQA preferiblemente comprende, como principal sustancia activa, compuestos de fórmula:



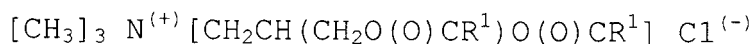
en donde cada sustituyente R se selecciona de hidrógeno; un alquilo o hidroxialquilo C₁-C₆ de cadena corta, preferiblemente metilo, etilo, propilo o hidroxietilo, y más preferiblemente metilo; poli(alcoxi C₁-C₃), preferiblemente polietoxi; bencilo; o una mezcla de los mismos; cada m es 2 ó 3; cada n es de 1 a aproximadamente 4; cada Y es -O-(O)C-, -C(O)-O-, -NR-C(O)-, o -C(O)-NR-; la suma de carbonos en cada R¹, más uno cuando Y es -O-(O)C- o -NR-C(O)-, es C₁₂-C₂₂, preferiblemente C₁₄-C₂₀, siendo cada R¹ un grupo hidrocarbilo o hidrocarbilo sustituido y A⁻ puede ser cualquier anión compatible con el suavizante, preferiblemente, cloruro, bromuro, metilsulfato, etilsulfato, sulfato y nitrato, más preferiblemente cloruro o metilsulfato (en la presente memoria, el "porcentaje de sustancia activa suavizante" que contiene un determinado grupo R¹ se calcula tomando un porcentaje de la sustancia activa total basado en el porcentaje que es el grupo R¹ dado, del total de grupos R¹ presentes).

ES 2 334 995 T3

(2) Un segundo tipo de sustancia activa DEQA tiene la fórmula general:



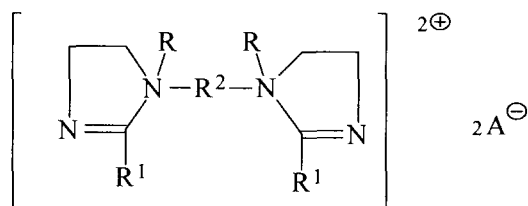
en donde cada Y, R, R¹ y A⁻ tienen los mismos significados anteriores. Dichos compuestos incluyen aquellos que tienen la fórmula:



donde cada R es un grupo metilo o etilo y preferiblemente cada R¹ está en el intervalo de C₁₅ a C₁₉.

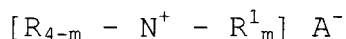
(3) Las sustancias activas DEQA descritas anteriormente en la presente memoria también incluyen las sustancias activas suavizantes de tipo amina neutralizada en donde al menos un grupo R es un átomo de hidrógeno. Un ejemplo no limitativo de sustancias activas de este tipo es la sal cloruro de metilamina de (alcoiloxtetil insaturado)(alquilamidotrimetilen insaturado). Otros ejemplos de sustancias activas suavizantes tipo amina adecuadas se describen en PCT WO 99/06509.

(4) Sustancias activas suavizantes de tipo amonio policuaternalario. Las sustancias activas suavizantes de tejidos que llevan más de una carga positiva de amonio cuaternario son también útiles en las composiciones para añadir durante el aclarado preparadas por el método de la presente invención. Un ejemplo de este tipo de sustancias activas suavizantes es el que tiene la fórmula:



en donde cada R es H, un alquilo o hidroxialquilo C₁-C₆ de cadena corta, preferiblemente metilo, etilo, propilo o hidroxietilo, más preferiblemente metilo, bencilo o (R² O)₂₋₄H; cada R¹ es un sustituyente hidrocarbilo o hidrocarbilo sustituido C₆-C₂₂, preferiblemente C₁₄-C₂₀, preferiblemente alquilo o alqueno C₁₀-C₂₀ (alquilo insaturado, incluyendo alquilo poliinsaturado, también mencionado a veces como "alqueno"), con máxima preferencia alquilo o alqueno C₁₂-C₁₈; cada R² es un grupo alqueno C₁-C₆, preferiblemente un grupo etileno; y A⁻ son según se definen más abajo.

(5) Sustancia activa suavizante que tiene la fórmula:



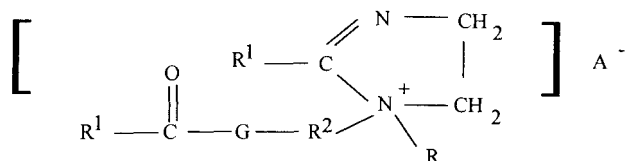
en donde cada m es 2 o 3, cada R¹ es un resto C₆-C₂₂ lineal o ramificado, saturado o insaturado, preferiblemente un resto C₁₄-C₂₀ pero en donde no más de uno es menos de aproximadamente C₁₂ y después el otro es al menos aproximadamente C₁₆; o sustituyente hidrocarbilo o hidrocarbilo sustituido, preferiblemente alquilo o alqueno C₁₀-C₂₀, con máxima preferencia alquilo o alqueno C₁₂-C₁₈.

Los ejemplos del compuesto (5) son sales de dialquildimetilamonio, siendo una de las sales de dialquildimetilamonio comerciales que se pueden utilizar en la presente invención el cloruro de dioleildimetilamonio comercializado por Witco Corporation con el nombre registrado Adogen® 472.

Otros ejemplos del compuesto (5) son las sales de monoalquiltrimetilamonio tales como cloruro de monooleiltrimetilamonio, cloruro de monocanolatrimetilamonio y cloruro de sojatrimetilamonio. Se prefiere el cloruro de monooleiltrimetilamonio y el cloruro de monocanolatrimetilamonio.

ES 2 334 995 T3

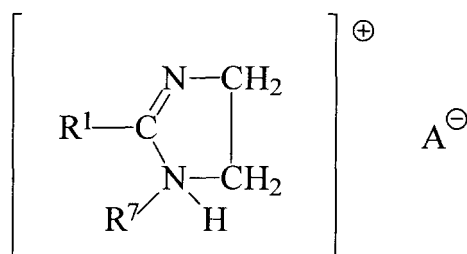
(6) Sustancia activa suavizante que tiene la fórmula:



en donde cada R, R¹ y A⁻ son según las definiciones anteriores; cada R² es un grupo alquileo C₁-C₆, preferiblemente un grupo etileno; y G es un átomo de oxígeno o un grupo -NR-.

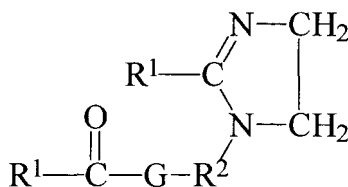
Un ejemplo del compuesto (6) es el metilsulfato de 1-metil-1-oleilamidoetil-2-oleilimidazolinio, que es comercializado por Witco Corporation con el nombre registrado Varisoft® 3690.

Otros ejemplos del compuesto (6) son sales sustituidas de imidazolinio que tienen la fórmula:



en donde R⁷ es hidrógeno o un grupo alquilo o hidroxialquilo C₁-C₄ saturado y R¹ y A⁻ son según se ha definido anteriormente en la presente memoria.

(7) Sustancia activa suavizante que tiene la fórmula:



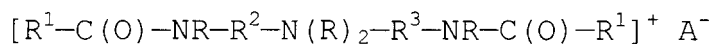
en donde R¹, R² y G son según se ha definido anteriormente en (6).

(8) Productos de reacción de ácidos grasos superiores prácticamente insaturados y/o de cadena ramificada con dialquilentriaminas en, p. ej., una relación molecular de aproximadamente 2:1, en donde dichos productos de reacción contienen compuestos de fórmula:



en donde R¹, R² son según se ha definido anteriormente en (6) y cada R³ es un grupo alquileo C₁-C₆, preferiblemente un grupo etileno. Los ejemplos del compuesto (8) incluyen Emersol® 223LL y Emersol® 7021, que son comercializados por Henkel Corporation.

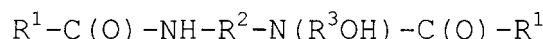
(9) Sustancia activa suavizante que tiene la fórmula:



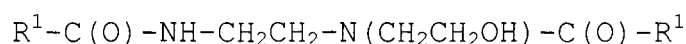
ES 2 334 995 T3

en donde R, R¹, R², R³ y A⁻ son según se ha definido anteriormente en (6) y (8). Un ejemplo del compuesto (9) es una sustancia activa suavizante basada en amidoamina digrasa comercializada por Witco Corporation con el nombre registrado Varisoft® 222LT.

- (10) El producto de reacción de ácido graso superior prácticamente insaturado y/o de cadena ramificada con hidro-
xialquilalquilendiaminas en una relación molecular de aproximadamente 2:1, en donde dichos productos de reacción
contienen compuestos de fórmula:

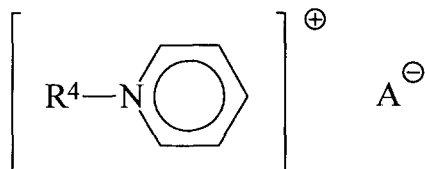


en donde R¹, R² y R³ son según se ha definido anteriormente en (8). Los ejemplos del compuesto (10) incluyen pro-
ductos de reacción de ácidos oleicos con N-2-hidroxietilendiamina en una relación molecular de aproximadamente
2:1, en donde dicha mezcla de producto de reacción contiene un compuesto de fórmula:



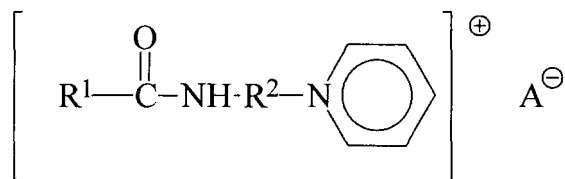
en donde R¹-C(O) es un grupo oleilo de un ácido oleico comercial derivado de una fuente vegetal o animal, tal
como Emersol® 223LL o Emersol® 7021, comercializados por Henkel Corporation.

- (11) Sales de alquilpiridinio que tienen la fórmula:



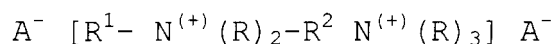
en donde R⁴ es un grupo hidrocarburo alifático C₈-C₂₂ acíclico y A⁻ es un anión.

- (12) Sales de alcanamidoalquilen piridinio que tienen la fórmula:



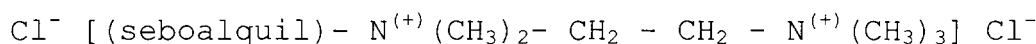
en donde R¹, R² y A⁻ son según se ha definido anteriormente en la presente memoria;

- (13) Sales dicuaternarias de monoalquilo, p. ej., que tienen la fórmula:



en donde R, R¹, R² y A⁻ son según se ha definido anteriormente en la presente memoria en (6) y (9).

Un ejemplo del compuesto (13) es dicloruro de N-sebo pentametil propano diamonio, con la fórmula:



comercializado por Witco Corporation con el nombre registrado Adogen® 477.

(14) Mezclas de los compuestos (1)-(13) descritos anteriormente.

En las sales de nitrógeno catiónicas de la presente invención, el anión A^- , que es cualquier anión compatible con la sustancia activa suavizante, proporciona neutralidad eléctrica. En la mayoría de los casos, el anión utilizado para proporcionar neutralidad eléctrica en estas sales es de un ácido fuerte, especialmente un haluro, tal como cloruro, metilsulfato, bromuro o yoduro. Sin embargo, pueden utilizarse otros aniones tales como etilsulfato, acetato, formiato, sulfato, carbonato, y similares. En la presente invención el cloruro y el metilsulfato son los preferidos como anión A.

Preparación del sistema de suministro del agente beneficioso y del producto

La presente invención se refiere a un método en donde las partículas poliméricas y las materias primas de perfume se mezclan directamente para preparar la partícula polimérica de perfume. Esta etapa de pre-carga se realiza de forma típica en presencia de un disolvente tal como agua o alcoholes inferiores para facilitar el proceso de mezclado. En una realización típica basta con el disolvente utilizado durante la síntesis de la partícula polimérica. La partícula polimérica de perfume pre-cargada puede después ser añadida a una matriz de producto (un líquido o un gránulo) de manera similar a la adición de un ingrediente esencial o adyuvante para preparar el producto final. Puede utilizarse agitación de alto cizallamiento y calentamiento suave en la etapa de pre-carga o en la etapa de formulación del producto posterior.

En una realización típica, las partículas poliméricas, de forma típica en forma de una dispersión acuosa (aproximadamente 30% en peso de polímero en agua) y el perfume (una mezcla de MPP) son mezclados previamente en un mezclador de cizallamiento superior a temperatura ambiente. Puede utilizarse un disolvente adicional (tal como agua o alcoholes inferiores), aunque no es necesario. El tiempo de premezclado oscila de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 16 horas. Se ha descubierto que al cabo de aproximadamente 4 horas, aproximadamente el 90% en peso del perfume añadido se ha cargado en la partícula polimérica. Las partículas poliméricas de perfume pre-cargadas pueden ser añadidas a una matriz de producto y se deja equilibrar durante como mínimo aproximadamente 1 semana, preferiblemente al menos aproximadamente 2 semanas, antes de utilizar el producto.

Ejemplos de formulación

A continuación se presentan ejemplos de composiciones de perfume, especialmente de composiciones suavizantes de tejidos según la presente invención.

Componente	A	B	C	D
DEQA	19,0	18,0	25,0	20,0
Ácido graso	--	1,0	--	1,0
Ácido clorhídrico	0,02	0,02	0,02	0,2
Polímero para la liberación de la suciedad	0,02	0,02	0,02	0,2
PEG	0,6	0,6	--	0,6
Partículas poliméricas de perfume	2,0	5,0	0,5	1,0
Electrolito	600 ppm	600 ppm	600 ppm	600 ppm
Tinte	50 ppm	50 ppm	50 ppm	50 ppm
Agua	Resto	Resto	Resto	Resto

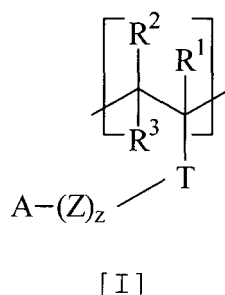
En los Ejemplos A-D, las partículas poliméricas se añaden por separado a la composición suavizante de tejidos. En los Ejemplos E-H, las partículas poliméricas y el perfume se mezclan previamente antes de su adición a la composición suavizante de tejidos.

REIVINDICACIONES

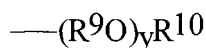
1. Un método para fabricar una composición para mejorar el suministro de materia prima de perfume, en donde el método comprende las etapas de:

- a) obtener una partícula polimérica de perfume;
- b) añadir la partícula polimérica de perfume a una matriz de producto; y
- c) añadir un ingrediente adyuvante a la matriz de producto,

en donde la partícula polimérica de perfume comprende un polímero, comprendiendo el polímero un monómero catiónico que tiene la fórmula



en donde cada uno de R^1 , R^2 y R^3 se selecciona, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1 - C_6 ; T es un resto sustituido o no sustituido, saturado o insaturado, lineal o ramificado seleccionado del grupo que consiste en alquilo, cicloalquilo, arilo, alquilarilo, aralquilo, anillo heterocíclico, sililo, sulfonato, alcoxi, ceto, éster, éter, carbonilo, amido, amino, glicidilo, carbanato, carbamato, carboxílico, carboalcoxi, y mezclas de los mismos; Z es un resto seleccionado del grupo que consiste en: $-(CH_2)-$, $(CH_2-CH=CH)-$, $-(CH_2-CHOH)-$, $(CH_2-CHNR^4)-$, $-(CH_2-CHR^5-O)-$, y mezclas de los mismos, en donde R^4 y R^5 se seleccionan, independientemente entre sí, de hidrógeno o alquilo C_1 - C_6 ; z es un número entero de 0 a 12; A es NR^6R^7 o $NR^6R^7R^8$, en donde R^6 , R^7 y R^8 se seleccionan, independientemente entre sí, de H, alquilo C_1 - C_8 lineal o ramificado, o alquilenoxi que tiene la fórmula:



en donde R^9 es alquilenoxi C_2 - C_4 lineal o ramificado, carbonilalquilo, o mezclas de los mismos; R^{10} es hidrógeno, alquilo C_1 - C_4 , carbonilalquilo, o mezclas de los mismos; y es un número entero de 1 a 10,

en donde la partícula polimérica de perfume comprende un perfume, comprendiendo el perfume una materia prima de perfume que tiene un índice Kovats de 1000 a 1400, determinado con una columna DB-5, y

en donde el factor de respuesta (FR) del material polimérico de perfume es al menos 1,5, medido mediante los Protocolos de ensayo de longevidad I ó II.

2. El método según la reivindicación 1, en donde la materia prima de perfume tiene una o más de las siguientes características:

- un peso molecular de menos de 200;
- un punto de ebullición de menos de 250°C ; o
- un ClogP de menos de 3.

3. El método según la reivindicación 1, en donde el ingrediente adyuvante comprende un agente suavizante de tejidos.

4. El método según la reivindicación 1, en donde la partícula polimérica además comprende un monómero no catiónico.

ES 2 334 995 T3

5. El método según la reivindicación 4, en donde el monómero no catiónico comprende un grupo hidrófobo seleccionado del grupo que consiste en: alquilos, cicloalquilos, arilos, alquilarilos, aralquilos y mezclas de los mismos.

6. El método según la reivindicación 5, en donde el monómero no catiónico se selecciona del grupo que consiste en: metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-propilo, acrilato de iso-propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, acrilato de bencilo, acrilato de etilhexilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de etilo, metacrilato de iso-propilo, metacrilato de isobutilo, metacrilato de n-butilo, ácido metacrílico, ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida, estireno, α -metil estireno, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, acrilato de hidroxibutilo, metacrilato de hidroxibutilo, acrilato de PEG, fenilmetacrilamida, t-butilmetacrilamida, p-hidroxifenilmetacrilamida, éteres de vinilo, vinil cetonas, acetatos de vinilo, fenoles de vinilo, ácido acilamido-2-metilpropanosulfónico, sulfonato de vinilo, propionato de vinilo, ácido metilalil-sulfónico, N-vinilformamida y N-vinilpirrolidona, y mezclas de los mismos.

7. El método según la reivindicación 1, en donde la partícula polimérica de perfume tiene un tamaño de partículas promedio de $1\ \mu\text{m}$ a $39\ \mu\text{m}$.

8. El método según la reivindicación 1, en donde la partícula polimérica de perfume tiene un tamaño de partículas promedio de 200 nm a 900 nm.

9. El método según la reivindicación 1, en donde el polímero es un polímero insoluble en agua de manera que la partícula polimérica se separa físicamente del agua al cabo de 5 minutos de ser añadida a la misma.

10. La partícula del método según la reivindicación 1, en donde la materia prima de perfume que tiene un índice Kovats de 1000 a 1400 comprende al menos 10% en peso del perfume.