

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 969**

51 Int. Cl.:
A61L 9/012 (2006.01)
A61L 9/04 (2006.01)
A01N 25/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03727852 .0**
96 Fecha de presentación: **12.06.2003**
97 Número de publicación de la solicitud: **1635881**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.03.2006**

54 Título: **Geles para dispensar materiales volátiles activos**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
04.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
04.06.2012

73 Titular/es:
FIRMENICH SA
CASE POSTALE 239, 1, ROUTE DES JEUNES
CH-1211 GENEVE 8, CH

72 Inventor/es:
O'LEARY, Nicholas y
TRANZEAT, Lyse

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 381 969 T3

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

DESCRIPCIÓN

Geles para dispensar materiales volátiles activos

Campo técnico

5 La presente invención se refiere al campo de la perfumería y de manera más precisa se refiere a un procedimiento para la fabricación de una composición, estando esta última destinada a dispensar un componente activo volátil en el espacio circundante. La composición de gel obtenida comprende un componente líquido volátil y un elastómero de termoplástico de poliéster-éster-amida (PEEA).

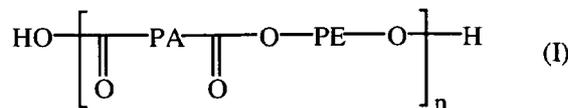
Técnica anterior

10 Los dispensadores de material volátil activo, tales como los ambientadores, son productos de consumo usados comúnmente en la vida diaria y se conocen diferentes tipos de los mismos. No obstante, la mayoría de los dispositivos contienen una cantidad limitada de componente volátil activo y por tanto la masa total de vehículo requerido para suministrar el nivel apropiado de componente volátil activo, por ejemplo, un perfume, es relativamente elevada. Ejemplos de productos conocidos incluyen dispositivos de hidrogel, o dispositivos de tipo mecha, que contienen, en general, únicamente hasta el 15 % de componente activo volátil, en relación con el peso total del dispositivo.

15 Por tanto, existe una necesidad de desarrollar dispositivos capaces de incorporar grandes cantidades de componente volátil activo y suministrar éste último durante un período de tiempo prolongado al tiempo que emplean pequeñas cantidades de vehículo tales como resinas, soporte de dichas resinas y/o envasado.

20 Se han propuesto pocas soluciones para el problema anteriormente mencionado, pero ninguna es completamente satisfactoria.

En este contexto, se puede citar como técnica anterior, la patente de EE.UU. N°. 4.734.278 que describe cuerpos conformados que emiten perfume preparados por medio de un procedimiento que incluye una etapa de acuerdo con la cual se calienta una mezcla de una composición volátil entre 180 y 220 °C, tal como un perfume, con una resina poliamídica termoplástica de tipo poliéster-éster-amida de fórmula



25 en la que PA representa el resto de poliamida y PE representa el resto de poliéster y el índice n es un número entero que designa el múltiplo del patrón recurrente, y se conforma para dar lugar a la forma deseada vertiéndola de manera inmediata en el interior de un molde y dejan que la composición se enfríe hasta temperatura ambiente. Se reivindica que los productos obtenidos por medio de este procedimiento son capaces de contener hasta el 60 % en peso de la sustancia volátil.

30 El procedimiento de preparación de estos cuerpos emisores conocidos, que implica calentar hasta una temperatura elevada, en un entorno de atmósfera abierta, la mezcla de perfume y resina, presenta la desventaja de favorecer la evaporación de los ingredientes volátiles de la composición de perfume de manera no uniforme, y da lugar a una pérdida sustancial de la sustancia volátil hacia la atmósfera durante la preparación de gel, así como a la alteración del carácter del perfume original, debido a que preferentemente se evaporan los ingredientes de baja volatilidad de la composición de perfume original.

35 El documento de EE.UU. 5.539.034 por otra parte, describe composiciones que presentan una acción desodorante, preparados por medio de un procedimiento en el que se deja en remojo una mezcla de resina de fórmula (I), ácido undecilénico y metanol durante 24 horas antes del calentamiento. El objetivo de este procedimiento de la técnica anterior es rebajar la temperatura de fusión de la resina mediante la adición de metanol. El metanol se puede evaporar de manera que el ácido undecilénico se incorpore en una cantidad de hasta el 85 % en el gel final. Aunque este procedimiento de la técnica anterior puede proporcionar resultados razonables con un material relativamente pesado tal como ácido undecilénico, debido a que el riesgo de evaporación de éste último tras la separación de metanol no es dramático, con los perfumes comunes que presentan ingredientes de baja volatilidad, éste último se evapora junto con el metanol, de manera que el gel perfumado resultante presentará de nuevo un carácter de olor diferente del correspondiente al perfume original mezclado con la resina. Además, también puede ocurrir la evaporación del perfume, debido a que el recipiente está abierto a la atmósfera circundante como queda evidenciado por el hecho de que el metanol se evapora completamente durante el calentamiento. Además, este procedimiento es bastante complejo, costoso y duradero.

50 En el documento WO 00/24434 se divulga una composición de gel sólido que contiene hasta el 90 % de perfume, un polímero funcionalizado tal como poliisopreno o polibutadienomaleinizado, y un agente de reticulación de

funcionalidad complementaria tal como polioxialquilendiamina.

No obstante, dicha composición presenta el inconveniente de imponer algunas limitaciones a la composición de perfume, ya que algunos ingredientes de perfume tales como ésteres, aldehídos y alcoholes pueden reaccionar con el polímero funcionalizado y/o el agente de reticulación y de este modo alterar la fragancia del perfume y las propiedades de liberación del polímero. Además, la preparación y el uso de dicho gel son tales que resulta preferible asociar el último con el soporte, y por tanto la cantidad de perfume, con respecto a la cantidad de vehículo, se encuentra limitada.

En el documento WO 97/26020 (FR 2 743 566) se menciona la posibilidad de disponer de una composición que contiene hasta el 95 % de perfume, junto con un polímero de tipo poliéter-éster-amida. No obstante, los procedimientos de preparación de la composición que se describen en dicha patente, es decir, los procedimientos de "mezcla madre" o de "ranura", no hacen posible obtener una composición uniforme que contenga más del 55 % de perfume, a pesar de las reivindicaciones de los inventores. De hecho los inventores han descubierto que cuando se usa el procedimiento de "ranura", que se describe en dicha solicitud de patente, junto con cantidades elevadas de perfume (por ejemplo más del 60 %), el polímero de poliéter-éster-amida no es capaz de atrapar la totalidad del perfume y de este modo los productos resultante son mezclas de resinas hinchadas de que se empapan en el exceso de perfume. El otro procedimiento de fabricación descrito en dicha solicitud, concretamente el procedimiento de "mezcla madre", que consiste en la extrusión de los gránulos obtenidos por medio del procedimiento de "ranura", permite incluso cantidades de perfume incluso menores. En otras palabras, a pesar de la reivindicación de que la composición conocida contiene hasta el 95 % de perfume, el contenido del documento WO 97/26020 no permite de hecho a una persona experta en la técnica producir composiciones que contengan más del 55 % de perfume. Además, las composiciones obtenidas de acuerdo con el documento WO 97/26020, a menos que contengan pequeñas cantidades de perfume, no son auto-portantes y por tanto requieren el uso de un envase particular, limitando de este modo la posibilidad de reducir la cantidad de vehículo.

Por tanto, con el fin de limitar la masa total de dispensador de material volátil, al tiempo que se mantiene una elevada eficacia de la fragancia suministrando una difusión de fragancia prolongada al entorno circundante, todavía existe necesidad de procedimientos que permiten la preparación de una composición que sea sólida, auto-portante, capaz de atrapar por completo cantidades elevadas de sustancias volátiles activas y de imponer una restricción mínima sobre la elección de la composición volátil a usar.

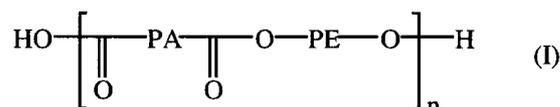
Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la fabricación de una composición de gel, de preparación simple y que es auto-portante a temperatura ambiente, por ejemplo un sólido de tipo caucho. Dicha composición de gel es capaz de incorporar cantidades elevadas de una sustancia volátil activa, es decir, hasta el 97,5 % de la composición total, y de dispensar esta última en los alrededores. Por "sustancia volátil activa" se entiende en el presente documento un ingrediente, una sustancia o composición capaz de aportar un beneficio o un efecto sobre el entorno circundante, y en un efecto de perfume, repelente o atrayente de insectos, insecticida, antibacteriano o fúngico.

Por consiguiente, el objeto de la presente invención es un procedimiento para la fabricación de una composición de gel que consiste en las etapas siguientes:

a) mezclar los siguientes ingredientes:

- 40 i) un componente líquido volátil activo;
ii) un elastómero termoplástico de poliéter-éster-amida de fórmula



en la que PA representa el resto de poliamida y PE representa el resto de poliéter y el índice n representa un número entero que designa el múltiplo del patrón recurrente;

- 45 iii) de manera opcional un antioxidante, un inhibidor-UV, un colorante soluble en aceite, un disolvente y/o un agente de generación de amargor;

- b) calentar, en un recipiente, la mezcla obtenida en la etapa a);
c) una vez que el polímero se ha disuelto por completo, permitir que la solución se enfríe; y
d) verter la solución obtenida en c) en un molde o recipiente que tiene una forma apropiada, para obtener la
50 composición de gel

estando el procedimiento caracterizado por

1) la etapa de calentamiento a) se lleva a cabo inmediatamente después de la mezcla de los dos componentes y a una temperatura comprendida entre 90 °C y 150 °C, en un recipiente que se encuentra cerrado, presurizado o equipado con un condensador;

2) en la etapa c), se deja enfriar la mezcla hasta una temperatura comprendida entre 60 °C y 100 °C, y

5 3) se obtiene una composición de gel que comprende entre el 97,5 % y el 70 % de componente líquido volátil activo y entre el 2,5 % y el 30 % de elastómero termoplástico de poliéster-éster-amida de fórmula (I), estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total de la composición de gel.

La composición de gel obtenida por medio del presente procedimiento presenta un módulo de almacenamiento mayor que su módulo de pérdida, es decir, se comporta como un sólido de tipo caucho.

10 El módulo de almacenamiento es la capacidad del material para almacenar energía y se encuentra relacionado con la tenacidad de dicho material. El módulo de pérdida representa la energía disipada por el material y refleja los efectos de las características de amortiguación del material.

15 El gel obtenido de acuerdo con la invención también puede comprender, como componentes opcionales, al menos uno de los ingredientes escogidos entre el grupo que consiste en antioxidantes, inhibidores-UV, colorantes solubles en aceite, disolventes y agentes de generación de amargor.

20 Se pretende que el componente líquido volátil activo usado en el procedimiento de la invención sea dispersado por la composición de gel obtenida en el interior del aire circundante o en el espacio cerrado, tal como habitaciones, armarios, cajones, etc, por parte de la composición de la invención. Dicho componente líquido volátil activo está formado esencialmente por uno o más materiales volátiles activos y puede contener posiblemente uno o más disolventes apropiados, por ejemplo, un disolvente de uso corriente en perfumería funcional.

Con el fin de facilitar la preparación de la composición de gel, el componente líquido activo volátil preferentemente contiene un cantidad limitada total de derivados hidroxilo, es decir, compuestos que presentan al menos un grupo hidroxilo, ejemplos de los cuales son alcoholes o glicoles.

25 La cantidad máxima de derivados hidroxilo que pueden estar presentes en el componente de líquido volátil activo depende de la naturaleza del extracto de dichos derivados, del número de dichos derivados y también de la cantidad total del componente líquido volátil activo usado en el gel. La persona experta en la técnica será capaz de definir dicha cantidad máxima usando el conocimiento general y un número limitado de experimentos de rutina. No obstante, como ejemplo no limitante, se puede citar un componente de líquido volátil activo que, cuando se usa en una cantidad del 90 % con respecto al peso total del gel, puede contener hasta el 80 % de alcoholes terciarios o hasta el 40 % de alcoholes primarios.

30 Como materiales volátiles activos se pueden usar, por ejemplo, perfumes o ingredientes de perfume, en cuyo caso el producto de consumo obtenido es de tipo ambientador para aire. Otros materiales volátiles activos apropiados pueden ser un agente desodorante o agente de desinfección o cualquier otro material capaz de conferir beneficios deseables y perceptibles a la calidad del aire en el cual se difunde.

35 Como perfume o ingredientes de perfume se puede usar cualquier ingrediente o mezcla de ingredientes actualmente usada en perfumería. La última puede ser sustancias químicas discretas. Con más frecuencia, no obstante, será una mezcla más o menos compleja de ingredientes volátiles o de origen sintético. La naturaleza de estos ingredientes se puede encontrar en libros especializados de perfumería, por ejemplo en S. Arctander (Perfume and FlavorChemicals, Montclair, N.J., EE.UU. 1969) o libros de texto similares de referencia, y su descripción más detallada no queda garantizada en el presente documento.

40 Aunque se ha hecho anteriormente especial mención al efecto perfumador que pueden ejercer las composiciones obtenidas por medio del procedimiento de la invención, se aplican los mismos principios a la fabricación de composiciones análogas para la difusión de los vapores desodorantes o desinfectantes, sustituyéndose el perfume por una composición desodorante, un antibacteriano, un insecticida, un repelente de insectos o un atrayente de insectos. Por medio de la expresión "vapores desinfectantes", los inventores se refieren en el presente documento no solo a los vapores de esas sustancias que pueden mejorar el grado de aceptación del aire que rodea al observador, sino también a esas sustancias que pueden ejercer un efecto atrayente o repelente hacia determinadas especies de insectos, por ejemplo hacia la mosca doméstica o los mosquitos, o similar, que pueden presentar actividad bactericida o bacteriostática. Todo ello sin decir que también se pueden usar mezclas de dichos agentes para preparar los geles por medio del procedimiento de la invención.

45 Como se ha mencionado anteriormente, el componente líquido volátil activo también puede comprender un disolvente apropiado. La presencia de un disolvente puede resultar útil para disponer de un líquido monofásico o para modular la velocidad de evaporación de la sustancia volátil en el aire circundante. Dichos disolventes pueden pertenecer a las familias de isoparafinas, parafinas, hidrocarburos, éteres de glicol, ésteres de éter de glicol, ésteres o cetonas.

55 Se conocen ejemplos de disolventes disponibles comercialmente útiles en la invención bajo el nombre comercial de Isopar® H, J, K, L, M, P o V (isoparafinas; origen: Exxon Chemical), Norpar® 12 ó 15 (parafinas; origen: Exxon

Chemical), Exxsol® D155/170, D 40, D 180/200, D 60, D 70, D 80, D 100, D 110 ó D 120 (hidrocarburos desaromatizados; origen: Exxon Chemical), Dowanol® PM, DPM, TPM, PnB, DPnB, TPnB, PnP o DPnP (éteres de glicol; origen: Dow ChemicalCompany), Eastman®EP, EB, EEH, DM, DE, DP o DB (éteres de glicol; origen: Eastman ChemicalCompany) Dowanol®PMA o PGDA (ésteres de éter de glicol; origen: Dow ChemicalCompany) o

5 Eastman® EB acetato, Eastman® DE acetato, Eastman® DB acetato, Eastman®EEP (todos ésteres de éter de glicol; todos ellos origen: Eastman ChemicalCompany). Otros ejemplos de disolventes útiles son dipropilenglicol, propilenglicol, acetato de etil éter de etilenglicol, diacetato de etilenglicol, miristato de isopropilo, ftalato de dietilo, acetato de 2-etilhexilo, metil n-amil cetona o di-isobutil cetona.

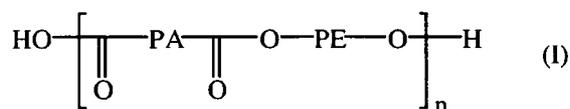
10 La cantidad de disolvente presente en el componente líquido volátil activo de las composiciones de gel obtenidas de acuerdo con el procedimiento de la invención puede variar a lo largo de un intervalo amplio y se puede citar, como ejemplo no limitante, cantidades comprendidas entre el 0 % y el 40 %, preferentemente entre el 0 % y el 30 %, siendo el porcentaje relativo al peso del componente de líquido volátil activo.

15 La persona experta en la técnica de preparación de componente líquidos volátiles será perfectamente capaz de escoger los ingredientes así como sus concentraciones, necesarios para la fabricación de un componente líquido volátil activo que confiera los beneficios deseados y, al mismo tiempo, permita la preparación del gel.

20 Las composiciones de gel obtenidas por medio del procedimiento de la invención pueden contener el componente de líquido volátil en una cantidad comprendida entre el 70 % y el 97,5 %, siendo los porcentajes relativos al peso total de la composición. En una realización preferida de la invención, el componente líquido volátil usado se encuentra presente en el gel obtenido en una cantidad comprendida entre el 80 % y el 96 % , e incluso más preferentemente en una cantidad comprendida entre el 87 y el 95 %.

El segundo componente usado en el procedimiento de preparación de acuerdo con la invención para formar el gel es un elastómero. Este polímero es de hecho el constituyente que proporciona el comportamiento mecánico de la composición de gel obtenida.

25 Dicho elastómero es el elastómero termoplástico de poliéter-éster-amida anteriormente citado (polímero PEEA) de fórmula



en la que PA representa el resto de poliamida y PE representa el resto de polioxialquilenglicol lineal o ramificado, en el que el radical alquileo presenta al menos 2 átomos de carbono y n es un número entero que designa el múltiplo del patrón recurrente.

30 Los polímeros de PEEA pueden ser el resultado de la copolimerización, en la fase de fusión, de resto de poliamida dicarboxílica que tiene una función carboxílica terminal de peso molecular medio comprendido entre 300 y 15000, y un polioxialquilenglicol alifático lineal o ramificado que presenta funciones hidroxílicas terminales y un peso molecular medio comprendido entre 200 y 6000. Dicha reacción se lleva a cabo a presión reducida sustancial y a una temperatura comprendida entre 100 °C y 400 °C en presencia de un catalizador que contiene un

35 tetraalquilortotitanato de fórmula general Ti(OR)₄, en el que R representa un radical hidrocarburo alifático lineal o ramificado C₁-C₂₄ y en el que su proporción en peso con respecto a la mezcla de reacción se encuentra comprendida entre el 0,01 % y el 5 %. De manera alternativa, los polímeros de PEEA pueden ser el resultado de la copolimerización, en condiciones similares a las mencionadas anteriormente, entre una poliamida que tiene una función diamino terminal y un polioxialquilenglicol que tiene una función dicarboxílica terminal.

40 Dichos elastómeros termoplásticos de poliéter-éster-amida se conocen mejor con el nombre comercial de PEBAX® (origen: ATOFINA, Francia) y algunos de ellos se describen en los documentos US 4331786, US 4864014, GB 2063279, EP 281461 o en las patentes relacionadas.

Se puede usar cualquier tipo de PEBAX® para los fines de la invención, con la condición de que sea capaz de atrapar a menos más de 2,3 veces su propio peso de perfume, preferentemente más de 5 veces su propio peso.

45 Elastómeros preferidos para ser usados en la preparación de acuerdo con la invención de las composiciones de gel son los que tienen un punto de fusión, medido de acuerdo con la norma ASTM D 789, comprendido entre 170 °C y 100 °C, y posiblemente también una dureza de Shore A comprendida entre 60 A y 92 A, medida de acuerdo con la norma ASTM D 1484. Ejemplos de dichos PEBAX® son las calidades 4033, 3533 y 2533.

50 En una realización más preferida del procedimiento de la invención, se usa un elastómero que tiene una dureza de Shore A comprendida entre 70 A y 85 A o una dureza de Shore D comprendida entre 35 D y 20 D, tal como PEBAX® 3533 o 2533.

Como se ha descrito anteriormente, las composiciones obtenidas por medio del procedimiento de la invención se caracterizan por el hecho de que el polímero se encuentra presente en una cantidad comprendida entre el 2,5 y el 30 %, siendo los porcentajes relativos al peso total de la composición. En una realización preferida del procedimiento de la invención, se obtiene una composición de gel en la que el polímero se encuentra presente en una cantidad
5 comprendida entre el 4 % y el 20 %, con respecto al peso de la composición de gel.

Como se ha anticipado anteriormente, es posible preparar una composición de gel usando algunos componentes opcionales que actúan como, por ejemplo, de antioxidante, inhibidores-UV, colorante, disolventes o agentes de generación de amargor.

Como ejemplos no limitantes de componentes antioxidantes útiles, se pueden citar aminas impedidas estéricamente, es decir, los derivados de 2,2,6,6-tetrametil-piridina, tal como los conocidos con el nombre comercial de Uvinul®
10 (origen BASF AG) o Tinuvin® (origen: Ciba Specialty Chemicals), así como también los derivados de hidroxifenilalquilados, tales como hidroxitoluenobutilado (BHT).

Se puede incorporar el componente de antioxidante en la composición obtenida de acuerdo con la invención en una cantidad comprendida entre el 0 % y el 3 %, estando los porcentajes referidos al peso total de la composición. Preferentemente, el componente antioxidante se encuentra presente en la composición de gel obtenida en
15 cantidades comprendidas entre el 0,1 % y el 2 %.

Como ejemplos no limitantes de componentes de inhibidor-UV útil, se pueden citar benzofenonas, difenilacrilatos o cinamatos tales como los descritos con el nombre comercial de Uvinul® (origen: BASF AG).

El componente de inhibidor-UV se puede incorporar en la composición obtenida de acuerdo con la invención en una cantidad comprendida entre el 0 % y el 0,5 %, estando los porcentajes referidos al peso total de la composición. Preferentemente, el componente de inhibidor-UV se encuentra presente en cantidades comprendidas entre el 0,01
20 % y el 0,4 %.

Los colorantes son otros componentes usados para la preparación de acuerdo con la invención. Los colorantes apropiados son solubles en agua. Ejemplos no limitantes de colorantes apropiados son derivados de las familias de
25 antraquinona, metinos, azo, triarilmetano, trifenilmetano, azina, aminocetona, espirooxina, tioxantano, ftalocianina, perileno, benzopirano o perinona. Ejemplos de dichos colorantes que se encuentran disponibles comercialmente se conocen con el nombre comercial de Sandoplast®VioletRSB, VioletFBL, Green GSB Blue 2B o Savinil® Blue RS (todos derivados de antraquinona, origen: ClariantHuningue S.A.), Olisol® Blue DB (antraquinona; origen: Morton International Ltd.), Sandoplast®Yellow 3G (metino, origen: ClariantHuningue, S.A.), Savinil®ScarletRLS (complejo
30 azo metálico; origen: ClariantHuningue S.A.), Oisol®YellowSEG (monoazo; origen: Morton International Ltd.), Fat Orange® R (monoazo; origen: Hoechst AG), Fat Red® 5 B (diazo; origen: Hoechst AG), Neozapon® Blue 807 (ftalocianina; origen: BASF AG), Fluorol® Green Golden (perileno; origen: BASF AG).

El componente de colorante se puede incorporar a la composición obtenida en una cantidad comprendida entre el 0 % y el 1 %, estando los porcentajes referidos al peso total de la composición. Preferentemente, el componente de
35 colorante se encuentra presente en cantidades comprendidas entre el 0,005 % y el 0,5 %.

El uso del agente de generación de amargor en el procedimiento de la invención puede resultar deseable con el fin de aportar el producto obtenido poco apetecible, haciendo menos posible que la composición sea ingerida, especialmente por parte de los niños. Se puede citar, como ejemplo no limitante, alcohol isopropílico, etilmetil
40 cetona, metil n-butil cetona o una sal de denatonio tal como benzoato de denatonio conocida con el nombre comercial de Bitrex™ (origen: Mac Farlan Smith Ltd.).

Se puede incorporar el agente de generación de amargor en la composición en una cantidad comprendida entre el 0 % y el 6 %, estando los porcentajes relacionados con el peso total de la composición. En el caso de Bitrex®, se puede rebajar la cantidad máxima hasta el 0,1 % del peso total de la composición.

Preferentemente, el componente de generación de amargor se encuentra presente en la composición obtenida en cantidades comprendidas entre el 0,5 % y el 5 %. En el caso de Bitrex®, estas cantidades pueden estar
45 comprendidas entre el 0,001 % y el 0,05 % del peso total de la composición.

El procedimiento se lleva a cabo en un recipiente presurizado o cerrado, con el fin de evitar la pérdida de los componentes volátiles, de manera alternativa el recipiente se encuentra equipado con un condensador.

La etapa de calentamiento es una etapa esencial, ya que los inventores han descubierto que mezclando de manera sencilla el componente líquido volátil activo y el polímero a temperatura ambiente, o similar, no es posible obtener una mezcla suficientemente homogénea de los ingredientes y, por consiguiente, no es posible obtener una
50 composición de gel que sea una composición sólida de tipo caucho.

Otra ventaja del procedimiento de fabricación de acuerdo con la invención reside en el hecho de que, vertiendo la mezcla homogénea de líquido volátil y resina en el interior de un molde o recipiente apropiado, es posible obtener de
55 manera directa la composición con una forma apropiada sin ninguna etapa de calentamiento intenso adicional tal

como una etapa de extrusión.

Como se ha anticipado anteriormente, el procedimiento de la invención proporciona composiciones de gel que resultan particularmente apropiadas para dispensar un material volátil en el espacio circundante.

- 5 Dependiendo de la naturaleza del componente líquido volátil usado en la preparación de la composición de gel, el procedimiento de fabricación proporciona un dispositivo perfumador o de desinfección tal como un ambientador de aire, en particular de tipo gel o sólido, un ambientador para cubos de pañal, un ambientador para coche, un ambientador para baño, un ambientador para cajones de gato, un ambientador para calzado o un ambientador para cubos de basura, un insecticida o un dispositivo repelente de insectos.

A continuación, se describe la invención con más detalle por medio de los siguientes ejemplos.

10 **Ejemplo 1**

Preparación de acuerdo con la invención de una composición de gel perfumada

- 15 Se añadieron 61,38 g de base de perfume (Tropical 438872, origen: Firmenich, S.A.) a 6,82 g de polímero (Pebax® 2533 SA01 gránulos, origen: Atofina) en un matraz de fondo redondo de dos bocas de 100 ml, equipado con un condensador Liebig de 200 mm y un termómetro. Se colocó el matraz en una manta calefactora/agitadora electrónica y se calentaron los contenidos con agitación continua hasta 120-135 °C, después de lo cual los gránulos de polímero se disolvieron en la base de perfume. Se mantuvo la agitación durante otros 5 minutos para garantizar que el polímero se disolvía por completo. Se enfrió la mezcla resultante hasta aproximadamente 90 °C, y se llenaron cinco recipientes de vidrio superficial (con área superficial de aproximadamente 18 cm²) con 6,50 g cada uno. Tras el enfriamiento hasta temperatura ambiente la composición formó un gel de tipo caucho, auto-consistente y transparente que contenía el 90 % en peso de la base de perfume.
- 20

Se registró el peso inicial de las muestras, y posteriormente se colocaron en un espacio de ensayo con temperatura/humedad controladas. Se registró el peso de cada muestra a intervalos regulares desde ese momento, hasta 30 días después del comienzo del ensayo. En 30 días se evaporó el 70 % del peso original de la base de perfume a partir del gel.

25 **Ejemplo 2**

Preparación de acuerdo con la invención de una composición de gel perfumada

Se preparó una composición de base de fragancia mezclando los siguientes ingredientes:

| Ingrediente | Partes en peso |
|---|----------------|
| Acetato de dimetilbencilcarbinilo | 1,50 |
| Acetato de cis-3-hexenilo | 0,30 |
| Undecanal | 0,03 |
| Ftalato de dietilo | 4,94 |
| Gamma-nanolactona | 0,40 |
| Aceite esencial de bergamoto | 4,60 |
| Butirato de etilo | 0,10 |
| Base de Cassis 345 B ¹⁾ | 3,80 |
| Propionato de triciclodecenilo | 2,30 |
| Cumarina | 0,20 |
| Habanolide ^{®2)} | 11,50 |
| Piperonal | 0,50 |
| Heptanoato de alilo | 1,20 |
| Iso E Super ^{®3)} | 10,70 |
| Aceite de mandarina exprimido | 3,80 |
| Muscenona ⁴⁾ | 0,50 |
| 2-metil-4-(2',2',3'-trimetil-3'-ciclopenten-1'-il)-4-pental | 10,00 |
| Etil-2-metilbutirato | 1,20 |
| 1-(5,5-dimetil-1-ciclohexen-1-il)-4-penten-1-ona | 0,20 |
| Carbonato de metiloctino | 0,03 |
| Óxido de rosa | 0,20 |
| Aceite de naranja | 20,00 |
| Velutona ⁵⁾ | 1,20 |
| Acetato de orto-butilciclohexilo | 29,00 |
| 2,4-dimetilformil-3-ciclohexeno | 0,80 |
| | <hr/> |
| | 100,00 |

-
- 1) base de perfumería de formación de compuestos; origen: Firmenich SA., Ginebra, Suiza
 - 2) pentadecenolida; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
 - 3) origen: IFF, EE.UU.
 - 4) 3-metil-ciclopentadecenona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
 - 5) 2,2,5-trimetil-5-pentil-ciclopentanona; origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza
-

Se añadieron 65,70 g de base de perfume a 7,31 g de Pebax® 2533 SA 01 gránulos (origen: Atofina) en un matraz de fondo redondo de dos bocas de 100 ml, equipado con un condensador de Liebig de 200 mm y termómetro. Se colocó el matraz en una manta calefactora/agitadora electrónica y se calentaron los contenidos con agitación continua hasta 120-135 °C, después de lo cual los gránulos de Pebax® se disolvieron en la base de perfume. Se mantuvo la agitación durante otros 5 minutos para garantizar que Pebax® se disolvía por completo. Se enfrió la mezcla resultante hasta aproximadamente 90 °C, y se llenaron cinco recipientes de vidrio superficial (con área superficial de aproximadamente 18 cm²) con 6,50 g cada uno. Tras el enfriamiento hasta temperatura ambiente la composición formó un gel de tipo caucho, auto-consistente y transparente que contenía el 90 % en peso de la base de perfume.

Una carga de perfume del 90 % significa que para absorber la misma cantidad de perfume, las composiciones obtenidas de acuerdo con la invención necesitan el uso, durante el procedimiento de preparación, de cuatro veces menos resina que las composiciones descritas en el documento WO 97/26020, que contienen hasta el 55 % de perfume, lo que representa de este modo una reducción consistente de la resina de soporte.

15 Ejemplo 3

Preparación de acuerdo con la invención y caracterización mecánica de composiciones de gel perfumadas

Se prepararon geles de perfume de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, usando cuatro bases de perfume, concretamente:

- Tropical 438872 (origen: Firmenich SA)
- Spring Blossom 150531 BG (origen: Firmenich SA)
- Citrowood 150783 (origen: Firmenich SA)
- Cantina 150685 (origen: Firmenich SA)

Se usó análisis mecánico dinámico para caracterizar las propiedades mecánicas de los geles de perfume obtenidos. Se llevaron a cabo las mediciones en modo de compresión usando un analizador mecánico dinámico de tipo placa-paralela (DMA 2980, origen: TA Instruments), equipado con un termocontrolador. Se midieron el módulo de almacenamiento (M'), el módulo de pérdida (M'') y la tan δ en las condiciones que se muestran en la Tabla 1:

Tabla 1: Condiciones de las mediciones mecánicas

| | |
|-----------------------|--|
| Instrumento | TA Instruments DAM 2980 |
| Modo | Compresión de multi-frecuencia |
| Herramientas | Compresión con dispositivo de sujeción |
| Geometría de muestra | Cilíndrica (espesor = 2,5 mm a 3,5 mm, diámetro = 9,06 mm) |
| Temperatura de ensayo | 25 °C |
| Tensión estática | 1 N |
| Frecuencia | 1 Hz |
| Amplitud | 20 μm |

El módulo de almacenamiento (M') es la capacidad del material de almacenar energía y se encuentra relacionada con la tenacidad de dicho material. El módulo de pérdida (M'') representa la energía disipada por el material y refleja las características de amortiguación del material.

La Tabla 2 muestra los valores de M' y M'' para las muestras, el intervalo citado es para las tres réplicas sometidas a ensayo para cada muestra obtenida por medio del procedimiento de fabricación.

Tabla 2. Valores de intervalo del módulo de almacenamiento (M') y módulo de pérdida (M'')

| Base de fragancia | Dosificación de fragancia | M'(MPa) | M'' (MPa) |
|---|---------------------------|------------------|------------------|
| Tropical 438872 | 90 % p/p | de 0,030 a 0,036 | de 0,026 a 0,028 |
| Spring Blossom 150531 BG | 90 % p/p | de 0,082 a 0,097 | de 0,039 a 0,044 |
| Citrowood 150783 | 90 % p/p | de 0,072 a 0,102 | de 0,020 a 0,025 |
| Cantina 150685 F | 90 % p/p | de 0,044 a 0,049 | de 0,023 a 0,026 |
| p/p = porcentaje relativo al peso de la composición | | | |

5 Bajo las condiciones de ensayo, el módulo de almacenamiento para el gel es mayor que el módulo de pérdida. Como resultado de ello las deformaciones son reversibles y los geles se comportan como muestras. Además, los geles fueron auto-portantes.

Ejemplo 4

Preparación de acuerdo con la invención de una composición de gel perfumada que presenta una concentración de perfume diferente

10 Se preparó un gel perfumado usando el equipamiento y el procedimiento descrito en el Ejemplo 1. Se usó un perfume como componente líquido volátil activo, concretamente Spring Blossom 15031 BG (origen: Firmenich SA). Se prepararon geles de perfume adicionales, con niveles más bajos de Pebax® 2533 SA 01 como se detalla en la Tabla 3, usando el mismo perfume.

Tabla 3: Composición de varios geles perfumados de acuerdo con la invención

| Masa de perfume | Masa de Pebax® 2533 SA 01 | Concentración de Pebax® en el gel resultante | Observaciones |
|---|---------------------------|--|--|
| 58,73 g | 5,11 g | 8 % | Gel producido duro, transparente, de tipo caucho |
| 60,85 g | 3,88 g | 6 % | Gel producido duro, transparente, de tipo caucho |
| 59,61 g | 2,48 g | 4 % | Gel producido blando, transparente, de tipo caucho |
| 61,11 g | 1,57 g | 2,5 % | Gel producido blando, transparente, de tipo caucho |
| los porcentajes están referidos al peso total de la composición | | | |

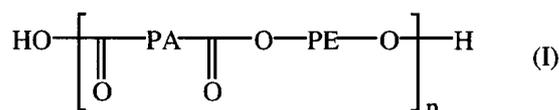
15 Como indica la Tabla 3, con el procedimiento de acuerdo con la invención, es posible obtener geles con una cantidad de resina tan baja como el 2,5 % del peso total de la composición obtenida. Esto significa que, por medio del uso de un procedimiento de fabricación de acuerdo con la invención, la resina de Pebax® es capaz de atrapar hasta 40 veces su propio peso de perfume.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de fabricación de una composición de gel que consiste en las etapas siguientes:

a) mezclar los siguientes ingredientes:

- i) un componente líquido volátil activo;
ii) un elastómero termoplástico de poliéter-éster-amida de fórmula



en la que PA representa el resto de poliamida y PE representa el resto de poliéter y el índice n representa un número entero que designa el múltiplo del patrón recurrente;

iii) de manera opcional un antioxidante, un inhibidor-UV, un colorante soluble en aceite, un disolvente y/o un agente de generación de amargor;

b) calentar, en un recipiente, la mezcla obtenida en la etapa a);

c) una vez que el polímero se ha disuelto por completo, permitir que la solución se enfríe; y

d) verter la solución obtenida en c) en un molde o recipiente que tiene una forma apropiada, para obtener la composición de gel

estando el procedimiento **caracterizado por**

1) el calentamiento de la etapa b) se lleva a cabo inmediatamente después de la mezcla de los componentes y a una temperatura comprendida entre 90 °C y 150 °C, en un recipiente que se encuentra cerrado, presurizado o equipado con un condensador;

2) en la etapa c), se deja enfriar la mezcla hasta una temperatura comprendida entre 60 °C y 100 °C, y

3) se obtiene una composición de gel que comprende entre el 97,5 % y el 70 % de componente líquido volátil activo y entre el 2,5 % y el 30 % de elastómero termoplástico de poliéter-éster-amida de fórmula (I), estando los porcentajes definidos en peso, con respecto al peso total de la composición de gel.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho componente de líquido volátil activo es un perfume, un agente desodorante o un agente de desinfección o un repelente para insectos.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** dicho componente de líquido volátil activo es un perfume.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la composición de gel obtenida comprende entre el 80 % y el 96 % del componente líquido volátil activo, estando los porcentajes referidos al peso total de la composición.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** se usa un elastómero de fórmula (I) que tiene un punto de fusión comprendido entre 170 °C y 100 °C.

6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** se usa un elastómero de fórmula (I) que tiene una dureza Shore A comprendida entre 60 A y 92 A.

7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** se usa un elastómero de fórmula (I) que tiene una dureza de Shore A de entre 70 A y 85 A.

8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la composición de gel obtenida comprende entre el 4 y el 20 % de elastómero de fórmula (I), con respecto al peso de la composición de gel.

9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el compuesto antioxidante usado es una amina impedida estéricamente o un derivado de hidroxiareno alquilado.

10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el colorante usado es un derivado de las familias de antraquinona, metinos, azo, triarilmetano, trifenilmetano, azina, aminocetona, espiroaxina, tioxantano, ftalocianina, perileno, benzopirano o perinona.

11. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el agente de generación de amargor usado es alcohol isopropílico, etilmetil cetona, metil n-butil cetona o una sal de denatonio.