

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 844**

51 Int. Cl.:

C11D 3/50 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

A61L 9/01 (2006.01)

C11B 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.01.2013 PCT/US2013/022007**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.07.2013 WO13109798**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2013 E 13702163 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.04.2018 EP 2804939**

54 Título: **Sistemas de perfume**

30 Prioridad:

18.01.2012 US 201261587794 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.06.2018

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**AMORELLI, BENJAMIN;
MONTELEONE, MICHAEL, G.;
CLOSSON, ADAM, P.;
LEVORSE, ANTHONY, T., JR.;
O'KEEFE, NICOLE;
MERTZ, GARY, J.;
GENG, FENG;
CAI, TINGWEI;
ARRUDA, EDWARD, MARK;
NARULA, ANUBHAV;
BELKO, ROBERT, P.;
LASOME, JAMES, ANTHONY;
YUN, HEEDONG;
WEISS, RICHARD, A.;
SASAKI, TAKASHI;
SMETS, JOHAN;
DENUTTE, HUGO, ROBERT GERMAIN;
PINTENS, AN y
GUIMET, ISABELLE**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 673 844 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

Sistemas de perfume

5 Campo de la invención

La presente solicitud se refiere a sistemas de suministro de perfume y productos de consumo que comprenden dichos sistemas de suministro de perfume y/o materias primas de perfume tal como se definen en la presente memoria.

10 Antecedentes de la invención

Los productos de consumo pueden comprender uno o más perfumes y/o sistemas de suministro de perfume que pueden enmascarar un olor no deseable y/o proporcionar un aroma deseado a un producto y/o a un sitio que ha entrado en contacto con dicho producto. Las patentes US-4524020, US-2011/152146, EP-0053716, US-4442025, US-4627935 y US-5767305 describen los perfumes y/o los sistemas de suministro de perfume y los productos de consumo que contienen perfumes. Aunque los perfumes y sistemas de suministro de perfume actuales proporcionan fragancias deseables, los consumidores continúan buscando productos que tengan aromas que puedan ser más duraderos y se ajusten a sus deseos particulares (véase por ejemplo, USPA-2007/0275866 A1 y la USPA-2008/0305977 A1) – desafortunadamente, la combinación de materias primas de perfume y sistemas de suministro de perfume que están disponibles sigue siendo demasiado limitada para satisfacer completamente las necesidades de perfume de la comunidad. Así, los perfumes necesitan una combinación aún más grande de materias primas de perfume y sistemas de suministro de perfume.

Los solicitantes creen que los perfumes y materias primas de perfume, incluidos los sistemas de suministro de perfume, descritos en la presente memoria, amplían las opciones de la comunidad de perfume, tales como materias primas de perfume, pueden proporcionar variaciones de carácter y dichos perfumes pueden proporcionar perfiles de olor deseados en los productos de consumo. En algunos aspectos, dichos sistemas de suministro de perfume que comprenden dichas materias primas de perfume pueden proporcionar variaciones en el carácter y/o en los perfiles de olor que son mejores de lo esperado según parámetros tales como análisis del espacio superior (empleado para determinar la pérdida de perfume del sistema y/o la eficacia de suministro del perfume), ClogP, punto de ebullición y/o umbral de detección de olor.

30 Sumario de la invención

La presente solicitud se refiere a sistemas de suministro de perfume y productos de consumo que comprenden materias primas de perfume.

35 Descripción detallada de la invenciónDefiniciones

40 En la presente memoria, “producto de consumo” significa productos o dispositivos para cuidado infantil, cuidado de belleza, cuidado de tejidos domésticos, cuidado familiar, cuidado femenino, cuidado de la salud, productos de aperitivo y/o de bebida, generalmente previstos para usarse o consumirse en la forma en que son vendidos. Dichos productos incluyen, aunque no de forma limitativa, pañales, baberos, toallitas; productos para y/o métodos relacionados con el tratamiento del cabello (humano, canino y/o felino), incluido el blanqueamiento, coloración, teñido, acondicionamiento, lavado con champú, estilización; desodorantes y antitranspirantes; aseo personal; cosméticos; cuidado de la piel incluyendo la aplicación de cremas, lociones, y otros productos de aplicación tópica para el uso del consumidor incluidas las fragancias finas; y productos de afeitado, productos y/o métodos relacionados con el tratamiento de tejidos, superficies duras y cualquier otra superficie en el campo del cuidado de tejidos y cuidados domésticos, que incluyen: cuidado del aire, incluidos ambientadores y sistemas de liberación de aromas, cuidados del automóvil, lavado de vajillas, acondicionamiento de tejidos (incluido suavizante y/o agente refrescante), detergentes para el lavado de ropa, aditivos para el lavado de ropa y el aclarado y/o el cuidado de la misma, limpieza y/o tratamiento de superficies duras, incluidos limpiadores de suelos e inodoros, y/u otros limpiadores para uso del consumidor o institucional; productos y/o métodos relacionados con tisús higiénicos, toallitas faciales, pañuelos de papel, y/o toallita de papel; tampones, compresas higiénicas; productos y/o métodos relacionados con el cuidado bucal incluidas las pastas dentífricas, geles dentales, enjuagues bucales, adhesivos para dentaduras postizas, blanqueadores dentales; productos para la salud que se venden sin receta que incluyen remedios para la tos y el resfriado, analgésicos, productos farmacéuticos con receta médica, productos para la nutrición y la salud de las mascotas; productos de comida preparada destinados principalmente al consumo entre comidas habituales o para acompañar las comidas (entre los ejemplos no limitativos se incluyen las patatas fritas a la inglesa, trozos de tortilla de maíz frita, las palomitas de maíz, aperitivos tipo pretzels, trozos de maíz fritos, barritas de cereales, patatas fritas a la inglesa u onduladas de verdura, mezclas de aperitivos, surtidos para fiestas, cortezas multigrano, galletas para aperitivo, aperitivos de queso, cortezas de cerdo, aperitivos de maíz, surtido de aperitivos, aperitivos extrudidos y panecillos fritos); y café.

65 En la presente memoria, el término “composición limpiadora y/o tratante” corresponde a un subgrupo de productos de consumo que incluye, salvo que se indique lo contrario, productos de belleza, productos para el cuidado del hogar y de tejidos. Dichos productos incluyen, aunque no de forma limitativa, productos para el tratamiento del

5 cabello (humano, canino y/o felino), incluida la decoloración, coloración, teñido, acondicionado, lavado con champú, estilización; desodorantes y antitranspirantes; aseo personal; cosméticos; cuidado de la piel incluyendo la aplicación de cremas, lociones, y otros productos de aplicación tópica para el uso del consumidor incluidas las fragancias finas; y productos de afeitado, productos para tratar tejidos, superficies duras y cualquier otra superficie en el campo del
10 cuidado del hogar y tejidos, cuidado del aire, incluyendo ambientadores y sistemas de liberación de aromas, cuidados del automóvil, lavado de vajillas, acondicionamiento de tejidos (incluido el suavizante y/o el agente refrescante), detergentes para el lavado de ropa, aditivos para el lavado de ropa y el aclarado y/o el cuidado de la misma, limpieza y/o tratamiento de superficies duras, incluidos suelos e inodoros, agentes de lavado en forma granular universales o de “limpieza intensiva”, especialmente detergentes de limpieza; agentes para el lavado
15 líquidos, en forma de gel o pasta universales, especialmente los tipos líquidos denominados de limpieza intensiva; detergentes líquidos para tejidos delicados; agentes para el lavado manual de vajillas o agentes para el lavado de vajillas de acción suave, especialmente los de tipo muy espumante; agentes para el lavado en lavavajillas, incluidos los diversos tipos en pastilla, granulado, líquido y coadyuvante de aclarado para uso doméstico e institucional; agentes líquidos para limpieza y desinfección, incluidos los tipos antibacterianos para lavado a mano, pastillas para
20 limpieza, colutorios, limpiadores de dentaduras postizas, dentífricos, champús para coches o moquetas, limpiadores para baños incluidos limpiadores de inodoros; champús para cabello y productos de aclarado del cabello; geles de ducha, fragancias finas y baños espumantes y limpiadores de metales; además de sustancias auxiliares de limpieza como aditivos blanqueadores y “barras antimanchas” o de tipo tratamiento previo, productos cargados de sustratos como hojas a las que se ha añadido un secador, toallitas y almohadillas secas y húmedas, sustratos de material no
25 tejido y esponjas; así como pulverizadores en aerosol y nebulizadores para uso de consumidores o/y uso institucional; y/o métodos relacionados con el cuidado bucal incluidas las pastas dentífricas, geles dentales, enjuagues bucales, adhesivos para dentaduras postizas, blanqueadores dentales.

25 En la presente memoria, el término “composición limpiadora y/o tratante para telas y/o superficies duras” es un subgrupo de composiciones limpiadoras y tratantes que incluye, salvo que se indique lo contrario, agentes para el lavado granulados o en polvo universales o “de limpieza intensiva”, especialmente detergentes de limpieza; agentes para el lavado líquidos, en forma de gel o pasta universales, especialmente los tipos líquidos denominados de limpieza intensiva; detergentes líquidos para tejidos delicados; agentes para el lavado manual de vajillas o agentes para el lavado de vajillas de acción suave, especialmente los de tipo muy espumante; agentes para el lavado en lavavajillas, incluidos los diversos tipos en
30 pastilla, granulado, líquido y coadyuvante de aclarado para uso doméstico e institucional; agentes líquidos para limpieza y desinfección, incluidos los tipos antibacterianos para lavado a mano, pastillas para limpieza, champús para coches o moquetas, limpiadores de baño incluidos limpiadores de inodoros; y limpiadores de metales, productos de acondicionamiento de tejidos incluidos suavizantes y/o agentes refrescantes que pueden estar en forma líquida, sólida y/o toallitas para secadora de ropa; además de sustancias auxiliares de limpieza como aditivos blanqueadores y “barras antimanchas” o de tipo tratamiento previo, productos cargados de sustratos como hojas a las que se ha añadido un
35 secador, toallitas y almohadillas secas y húmedas, sustratos de material no tejido y esponjas; además de pulverizadores y nebulizadores. Todos estos productos que eran de aplicación pueden estar en forma estándar, concentrada o incluso altamente concentrada, hasta tal punto de que dichos productos en algún aspecto determinado pueden no ser acuosos.

40 Como se utiliza en la presente memoria, los artículos tales como “un” y “una” cuando se usan en una reivindicación, se refieren a uno o más de aquello que se reivindica o que se describe.

45 Como se utiliza en la presente memoria, los términos “incluyen”, “incluye” e “incluidos” deben entenderse como no limitativos.

50 Como se utiliza en la presente memoria, el término “sólido” incluye productos en forma granular, polvo, pastilla y comprimidos.

55 Como se utiliza en la presente memoria, el término “fluido” incluye productos en forma de líquido, gel, pasta y gas.

60 Como se utiliza en la presente memoria, el término “sitio” incluye productos de papel, tejidos, prendas interiores, superficies duras, cabello y piel.

65 Salvo que se indique lo contrario, todos los niveles del componente o de la composición se refieren a una parte activa de ese componente o composición, y son excluyentes de impurezas, por ejemplo, disolventes residuales o subproductos, que puedan estar presentes en las fuentes comerciales de dichos componentes o composiciones.

70 Todos los porcentajes y relaciones se calculan en peso, a menos que se indique de cualquier otra manera. Todos los porcentajes y relaciones se calculan basados en la composición total a menos que se indique de cualquier otra manera.

75 Se entenderá que cada limitación numérica máxima dada en esta especificación incluye toda limitación numérica inferior, como si las limitaciones numéricas inferiores estuvieran expresamente escritas en la presente memoria. Cada limitación numérica mínima proporcionada a lo largo de esta memoria descriptiva incluirá cada limitación numérica superior, como si dichas limitaciones numéricas superiores estuvieran expresamente escritas en la presente memoria. Cada intervalo numérico proporcionado a lo largo de esta memoria descriptiva incluirá cada

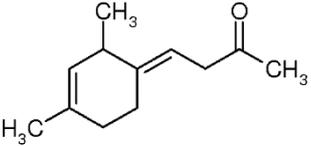
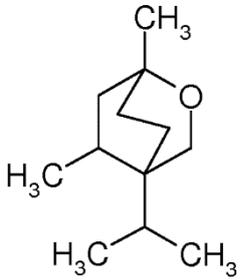
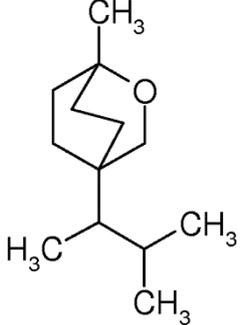
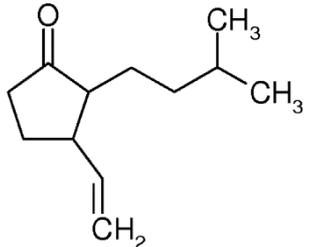
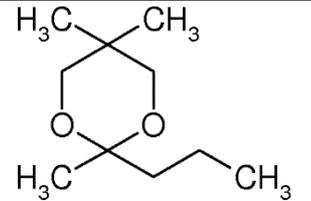
intervalo numérico más limitado que se encuentra dentro de dicho intervalo numérico más amplio, como si todos los citados intervalos numéricos más limitados estuviesen expresamente escritos en la presente memoria.

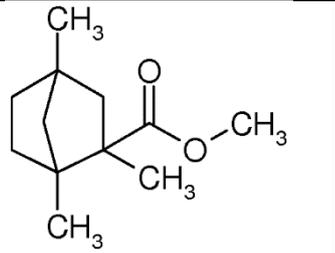
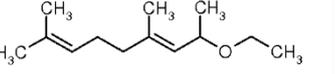
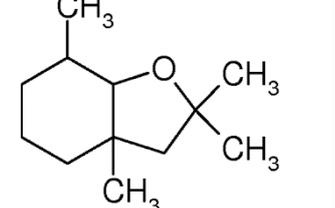
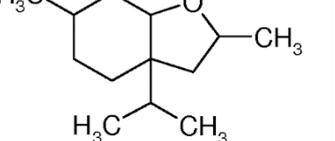
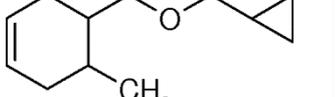
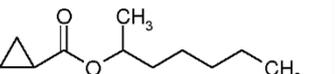
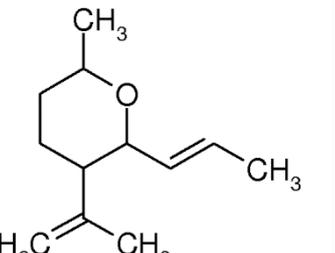
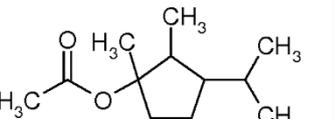
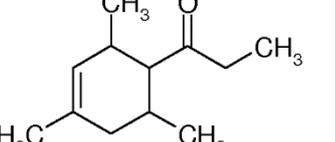
Materias primas de perfume (en la presente memoria, "PRM")

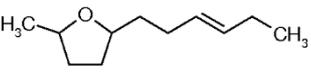
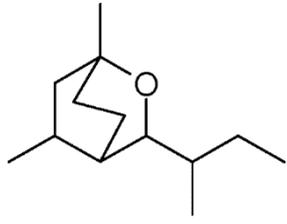
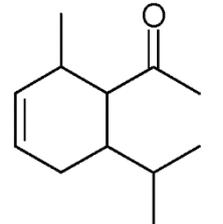
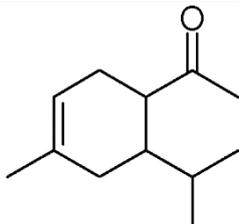
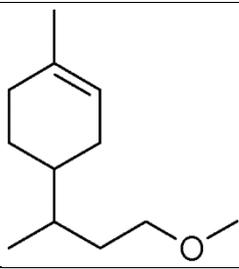
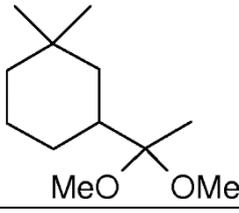
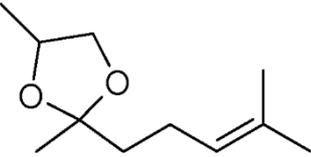
5 Las PRM adecuadas para usar en los sistemas de suministro de perfume y/o en los productos de consumo de la invención incluyen las PRM n.º 1, 4, 14 y 18 enumeradas en la Tabla 1 más abajo y los estereoisómeros de las mismas.

Tabla 1

10

	Estructura química	Nombres de la IUPAC	Descripción del carácter
1		4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-enilidén)-butan-2-ona	caracteres fuertes de madera y especias
2		4-isopropil-1,5-dimetil-2-oxabicyclo[2.2.2]octano	aspectos de hierbas, alcanfor, madera, menta, y pachulí
3		4-(1,2-dimetil-propil)-1-metil-2-oxabicyclo[2.2.2]octano	anisico, verde, pulverulento, y notas de fruta
4		2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona	caracteres lactónico, de melocotón, mantecoso, de flores, afrutado, de caléndula, verdes, de hierbas, y de menta
5		2,5,5-trimetil-2-propil-[1,3]dioxano	caracteres afrutados y anisados

6		1,2,4-Trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-ácido carboxilato de metilo	caracteres de madera, pino, alcanfor, hierbas, y tierra
7		8-etoxi-2,6-dimetil-nona-2,6-dieno	caracteres de pomelo, cítricos, fresco, lemonilo, malvarrosa, y metálicos
8		2,2,3a,7-tetrametil-octahidro-benzofurano	notas de hierbas, dulce, alcanfor, madera, fresco y verdes
9		3a-isopropil-2,6-dimetil-octahidro-benzofurano	notas de madera de cedro, verdes, de especias, flora, eucalipto, y notas ligeras de pino
10		4-ciclopropilmetoximetil-5-metil-ciclohexeno	caracteres fuertes afrutados y verdes
11		ciclopropanocarboxilato de 1-metilhexilo	caracteres fuertes afrutados, de hierbas, alga, manzanilla, y semilla de ambreta
12		3-isopropenil-6-metil-2-propenil-tetrahidro-pirano	caracteres fuertes de madera, fresco, canela y especias
13		ácido acético de 3-isopropil-1,2-dimetil-ciclopentilo	caracteres fuertes de madera, fresco, canela y especias
14		1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona	notas de animales, gineta, hojas de crisantemo y de miel

16		2-(hex-3-enil)-5-metil-tetrahidrofurano	caracteres fuertes de flores y plantas
17		3-sec-butil-1,5-dimetil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano	dulce, cálido, pimienta negra, hierbas
18		1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanon	similar a damascona, de menta, de rosa
19		1-(6-isopropil-4-metil-ciclohex-3-enil)-etanon	floral (rosa), aspectos de almizcle, mosto especiado, ligeramente verde
20		4-(3-metoxi-1-metil-propil)-1-metil ciclohexeno	regaliz negro, verde, flores
21		3-(1,1-dimetoxi-etil)-1,1-dimetil ciclohexano	caramelo, de hierbas, frutas, menta
22		2,4-Dimetil-2-(4-metil-pent-3-enil)-[1,3]dioxolano	flores, verde, dulce, rosa

Las PRM descritas en la Tabla 1 anterior (también denominadas moléculas, como se cita en la sección Ejemplos) pueden proporcionar una o más de las siguientes ventajas a niveles que los solicitantes creen que eran inesperados a la vista del olor del producto general: puro de las PRM; olor a tejido húmedo cuando se aplica a un tejido; olor a tejido seco cuando se aplica a un tejido; pocos escapes desde un encapsulado, incluido un encapsulado tal como una microcápsula de perfume; mayor espacio superior en comparación con el aceite puro en determinadas tecnologías de suministro de perfumes; olor cuando se utiliza en una matriz de suministro de perfume que se aplica a un envase; olor del producto puro cuando se aplica a una composición limpiadora o tratante; olor de la composición de fragancia fina cuando se usa una fragancia fina; olor a cabello seco cuando la composición comprende dicha PRM aplicada al

cabello; Emisión de una PRM de una solución que comprende dicha PRM; y nuevo carácter de PRM cuando se aplica a un sitio. La confirmación de dichas ventajas se puede obtener aplicando metodologías de ensayo convencionales que se detallan en la presente memoria. Las PRM y los estereoisómeros de estas PRM descritas en la Tabla 1 anterior se pueden preparar de acuerdo con las enseñanzas detalladas en la presente memoria descriptiva.

En un aspecto, las PRM descritas en la Tabla 1 y los estereoisómeros de las mismas son adecuados para usar, tal como se define en la presente memoria descriptiva, en productos de consumo a niveles, basados en el peso total del producto de consumo, de 0,0001 % a 25 %, de 0,0005 % a 10 %, de 0,001 % a 5 %, de 0,005 % a 2,5 %, o incluso de 0,01 % a 1 %. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en el producto de consumo anteriormente mencionado. En un aspecto, un producto de consumo comprende una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y los estereoisómeros de las mismas.

En otro aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar, como se define en la presente memoria descriptiva, en composiciones de limpieza y/o tratamiento en niveles, basados en el peso total de los productos de limpieza y tratamiento, de 0,0001 % a 25 %, de 0,0005 % a 10 %, de 0,001 % a 5 %, de 0,005 % a 2,5 %, o incluso de 0,01 % a 1 %. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en las composiciones de limpieza y/o tratamiento anteriormente mencionadas. En un aspecto, una composición de limpieza y tratamiento comprende una o más PRM seleccionadas de la Tabla n.º 1, 4, 14 y 18, y estereoisómeros de las mismas.

En otro aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1 n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuados para usar, como se define en la presente memoria descriptiva, en composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras en niveles, basadas en el peso total de las composiciones de productos de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras, de 0,00001 % a 25 %, de 0,00005 % a 10 %, de 0,0001 % a 5 %, de 0,0005 % a 1,0 %, o incluso de 0,001 % a 0,5 %. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en las composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras anteriormente mencionadas. En un aspecto, una composición de limpieza y tratamiento de telas y/o superficies duras comprende una o más PRM seleccionadas de la Tabla n.º 1, 4, 14 y 18 y estereoisómeros de las mismas.

En otro aspecto, se describe un detergente que puede comprender el mismo nivel de las PRM que se ha descrito para las anteriores composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras. En un aspecto, un detergente comprende una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y estereoisómeros de las mismas.

En un aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en productos de consumo muy compactados, que incluyen composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y de limpieza de superficies duras altamente compactadas. Por ejemplo, las PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y estereoisómeros de las mismas se pueden emplear en detergentes sólidos o líquidos muy compactados a niveles de 0,00001 % a 25 %, de 0,0001 % a 1,0 %, o incluso de 0,001 % a 0,5 %, con respecto al peso total de la composición. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en las composiciones de detergente muy compactado anteriormente mencionadas. Dichos detergentes muy compactados suelen comprender un porcentaje mayor del normal de ingredientes activos. En un aspecto, un detergente muy compactado puede comprender una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y estereoisómeros de las mismas. Más específicamente, un detergente muy compactado comprende una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y estereoisómeros de las mismas.

Sistemas de suministro de perfume

Las materias primas de perfume y las composiciones de perfume descritas en la presente memoria también pueden incorporarse a un sistema de suministro de perfume. Sistemas de suministro de perfume adecuados, métodos de fabricación de sistemas de suministro de perfume, y los usos de sistemas de suministro de perfume se describen en USPA 2007/0275866 A1. Dicho sistema de suministro de perfume incluye:

1. Suministro asistido por polímero (PAD): Esta tecnología de suministro de perfume utiliza materiales poliméricos para suministrar materiales de perfume. Ejemplos de PAD incluyen el empleo de coacervación clásica, polímeros cargados o neutros solubles o parcialmente solubles en agua, y también insolubles, cristales líquidos, masas fundidas, hidrogeles, plásticos perfumados, microcápsulas, nano y microlátex, materiales formadores de películas poliméricas, y absorbentes poliméricos, etc. Además, el PAD incluye, aunque no de forma limitativa:

a.) Sistemas de matriz: El perfume se disuelve o se dispersa en una matriz o partícula polimérica. Los materiales de perfume pueden 1) dispersarse en el polímero antes de formularlos en el producto o 2) añadirse por separado desde el polímero durante o después de la formulación del producto. Las partículas adecuadas de látex orgánico incluyen una amplia gama de materiales que incluyen, aunque no de forma limitativa, poliacetal, poliácido, poliácido, poliamida, polibutadieno, policloropreno, polietileno, policiclohexileno, policarbonato, polihidroxialcanoato, policetona, poliéster, polieterimida, polietersulfona, polietilenclorinatos, poliimida, polisopreno, poli(ácido láctico), polifenileno, polifenileno, polipropileno, poliéstereno, polisulfona, poli(acetato de vinilo), poli(cloruro de vinilo), así como polímeros o copolímeros basados en amina acrilonitrilo-butadieno, acetato de celulosa, etileno-acetato de vinilo, etilenvinilalcohol, estireno-butadieno, acetato de vinilo-

etileno, y mezclas de los mismos. Todos estos sistemas de matriz pueden incluir, por ejemplo, polisacáridos y nanolátex que se pueden combinar con otras tecnologías de suministro de perfume, incluyendo otros sistemas de PAD como sistemas de depósito de PAD en forma de una microcápsula de perfume (PMC). También se puede utilizar un suministro asistido por silicona (SAD). Los ejemplos de siliconas incluyen polidimetilsiloxano y polimetilalquilsiloxanos. Otros ejemplos incluyen los que tienen la funcionalidad amina, que se puede utilizar para proporcionar ventajas asociadas con la liberación asistida por amina (AAD) y/o liberación asistida por polímero (PAD) y/o productos de reacción de amina (ARP).

b.) Sistemas de depósito: Los sistemas de depósito también se conocen como sistemas envoltura-núcleo (por ejemplo, microcápsulas de perfume). En dicho sistema, el agente beneficioso está rodeado por una membrana de control de liberación del agente beneficioso, que puede servir de envoltura protectora. Los materiales de envoltura adecuados incluyen productos de reacción de una o más aminas con uno o más aldehídos, tales como urea reticulada con formaldehído o glutaraldehído, melamina reticulada con formaldehído, coacervados de gelatina-polifosfato opcionalmente reticulados con glutaraldehído, coacervados de gelatina-goma arábica, fluidos de silicona reticulada, poliamina reaccionada con poliisocianatos, poliaminas reaccionadas con epóxidos, poli(alcohol vinílico) reticulado con glutaraldehído, cloruro de polivinilo, poliésteres, poliamidas, poliacrilatos y mezclas de los mismos. En un aspecto, dichos materiales basados en poliacrilato pueden comprender poliacrilato formado de metilmetacrilato/metacrilato de dimetilaminometilo, poliacrilato formado de acrilato y/o metacrilato de amina y ácido fuerte, poliacrilato formado de monómero de acrilato y/o metacrilato de ácido carboxílico y base fuerte, poliacrilato formado a partir de un monómero de acrilato y/o metacrilato de amina y un ácido carboxílico, monómero de acrilato y/o metacrilato de ácido carboxílico, y mezclas de los mismos.

Los materiales núcleo adecuados incluyen composiciones de perfume, aceites de silicona, ceras, hidrocarburos, ácidos grasos superiores, aceites esenciales, lípidos, refrigerantes de la piel, vitaminas, protectores solares, antioxidantes, glicerina, catalizadores, partículas blanqueadoras, partículas de dióxido de silicio, agentes reductores de malos olores, materiales controladores del olor, agentes quelantes, agentes antiestáticos, agentes suavizantes, agentes repelentes de insectos y polillas, colorantes, antioxidantes, quelantes, agentes para controlar el cuerpo, la caída y la forma, agentes de suavidad, agentes para el control de arrugas, agentes de higienización, agentes desinfectantes, agentes para el control de gérmenes, agentes de control de mohos, agentes para control del midiu, agentes antivirales, agentes desecantes, agentes de resistencia a las manchas, agentes para liberación de suciedad, agentes revitalizadores y para prolongar el frescor de los tejidos, agentes para controlar el olor de los agentes blanqueantes clorados, fijadores de tintes, inhibidores de la transferencia de colorantes, agentes para mantenimiento del color, abrillantadores ópticos, agentes para regeneración/rejuvenecimiento del color, agentes antidecolorantes, potenciadores de blancura, agentes antiabrasión, agentes de resistencia contra el desgaste, agentes para mantener la integridad del tejido, agentes antidesgaste, agentes para evitar la formación de bolitas, desespumantes, agentes antiespumantes, agentes protectores de UV para tejidos y piel, inhibidores de la decoloración debida al sol, agentes antialérgicos, enzimas, agentes impermeabilizantes, agentes para comodidad del tejido, agentes de resistencia al encogimiento, agentes de resistencia al estiramiento, agentes para recuperación del estiramiento, agentes para el cuidado de la piel, glicerina y sustancias activas naturales como aloe vera, vitamina E, mantequilla de Karité y manteca de cacao, abrillantador, sustancias activas antibacterianas, y sustancias activas antitranspirantes, polímeros catiónicos, tintes y mezclas de los mismos. Las composiciones de perfume adecuadas pueden comprender perfumes duraderos, tales como materias primas de perfume que tienen un cLogP mayor que aproximadamente 2,5 y un punto de ebullición mayor que aproximadamente 250 °C. Además, las composiciones de perfume adecuadas pueden comprender perfumes florales que comprenden materias primas de perfume que tienen un cLogP mayor que aproximadamente 3 y un punto de ebullición inferior a aproximadamente 260 °C.

Los materiales de núcleo adecuados pueden estabilizarse y/o emulsionarse en sistemas de disolventes con materiales orgánicos o inorgánicos (los materiales orgánicos pueden ser polímeros de naturaleza aniónica, de naturaleza no iónica o de naturaleza catiónica, como los poliacrilatos y el poli(alcohol vinílico)). Los procesos adecuados para fabricar sistemas envoltura-núcleo incluyen recubrimiento, extrusión, secado por aspersion, polimerización interfacial, policondensación, coacervación simple, coacervación compleja, polimerización por radicales libres, polimerización en emulsión in situ, polimerización en matriz y combinaciones de los mismos.

Características adecuadas para los sistemas envoltura-núcleo incluyen:

- a) un espesor de envoltura de 20 nm a 500 nm, de 40 nm a 250 nm, o de 60 nm a 150 nm;
- b) una relación envoltura a núcleo de 5:95 a 50:50, de 10:90 a 30:70, o de 10:90 a 15:85;
- c) una resistencia a la fractura de 0,1 MPa a 16 MPa, de 0,5 MPa a 8 MPa, o incluso de 1 MPa a 3 MPa; y
- d) un tamaño de partículas promedio de 1 micrómetro a 100 micrómetros, de 5 micrómetros a 80 micrómetros, o incluso de 15 micrómetros a 50 micrómetros.

Recubrimientos adecuados que mejoran la deposición y/o la retención que pueden aplicarse a los sistemas envoltura-núcleo incluyen polímeros no iónicos, polímeros aniónicos, polímeros catiónicos como los polisacáridos incluyendo, aunque no de forma limitativa, almidón modificado catiónicamente, guar modificada catiónicamente, polisiloxanos, haluros de poldialil dimetilamonio, copolímeros de cloruro de polidialil dimetilamonio y vinil pirrolidona, acrilamidas, imidazoles, haluros de imidazolinio, haluros de imidazolio, polivinil amina, copolímeros de polivinil amina y N-vinil formamida y mezclas de los mismos. En otro aspecto, los recubrimientos adecuados se pueden seleccionar del grupo que consiste en polivinilformaldehído, polivinilformaldehído parcialmente hidroxilado, polivinilamina, polietilenimina, polietilenimina etoxilada, poli(alcohol vinílico), poliacrilatos, y combinaciones de los mismos.

Pueden emplearse métodos adecuados para reducir y/o eliminar físicamente cualquier material de tipo residual del proceso de fabricación de la envoltura del núcleo, como la centrifugación. También pueden emplearse métodos adecuados de reducción química de cualquier tipo de materiales, como el empleo de eliminadores, por ejemplo, eliminadores de formaldehído que incluyen materiales seleccionados del grupo que consiste en bisulfito de sodio, urea, etileno urea, cisteína, cisteamina, lisina, glicina, serina, carnosina, histidina, glutatión, ácido 3,4-diaminobenzoico, alantoína, glicourilo, ácido antranílico, antranilato de metilo, 4-aminobenzoato de metilo, acetoacetato de etilo, acetoacetamida, malonamida, ácido ascórbico, dímero de 1,3-dihidroxiacetona, biuret, oxamida, benzoguanamina, ácido piroglutámico, pirogalol, galato de metilo, galato de etilo, galato de propilo, trietanolamina, succinamida, tiabendazol, benzotriazol, triazol, indolina, ácido sulfanílico, oxamida, sorbitol, glucosa, celulosa, poli(alcohol vinílico), poli(vinilformamida) parcialmente hidrolizada, poli(amina vinílica), poli(etilenimina), poli(oxialquilenamida), poli(alcohol vinílico)-co-poli(amina vinílica), poli(4-aminoestireno), poli(l-lisina), quitosano, hexanodiol, etilendiamina-N,N'-bisacetoacetamida, N-(2-etilhexil)acetoacetamida, 2-benzoilacetoacetamida, N-(3-fenilpropil)acetoacetamida, lillial, helional, melonal, triplal, 5,5 dimetil-1,3-ciclohexanodiona, 2,4-dimetil-3-ciclohexenocarboxaldehído, 2,2-dimetil-1,3-dioxan-4,6-diona, 2-pentanona, dibutilamina, trietilentetramina, hidróxido amónico, bencilamina, hidroxicitronelol, ciclohexanona, 2-butanona, pentanodiona, ácido deshidroacético o mezclas de los mismos.

II. Liberación asistida por molécula (MAD): Los materiales o moléculas no poliméricos también pueden servir para mejorar el suministro de perfume dado que el perfume pueden interactuar de forma no covalente con materiales orgánicos, dando lugar a un depósito y/o liberación alterados. Los ejemplos no limitativos de dichos materiales orgánicos incluyen, aunque no de forma limitativa, materiales hidrófobos tales como aceites orgánicos, ceras, aceites minerales, vaselina, ácidos o ésteres grasos, azúcares, tensioactivos, liposomas, e incluso otras materias primas de perfume (aceites perfumados), así como aceites naturales, incluida la suciedad corporal y/o de otro tipo.

III. Liberación asistida por fibra (FAD): La selección o uso del propio emplazamiento puede servir para mejorar la liberación del perfume. De hecho, el propio emplazamiento puede ser una tecnología de suministro de perfume. Por ejemplo, diferentes tipos de tejido tales como algodón o poliéster tendrán diferentes propiedades con respecto a la capacidad de atraer y/o retener y/o liberar perfume. La cantidad de perfume depositado sobre o en las fibras se puede alterar mediante la selección de la fibra, y también por los antecedentes o el tratamiento de la fibra, así como cualesquiera recubrimientos o tratamientos de la fibra. Las fibras se pueden precargar con un perfume, y después añadirse a un producto que puede contener o no perfume libre y/o una o más tecnologías de suministro de perfume.

IV. Suministro asistido por amina (AAD): La tecnología de liberación asistida por amina utiliza materiales que contienen un grupo amina para aumentar la deposición de perfume o modificar el suministro de perfume durante el uso del producto. No existe requisito en esta hipótesis de precomplejar o prerreaccionar la(s) materia(s) prima(s) de perfume y la amina antes de la adición del producto. En un aspecto, los materiales que contienen amina AAD adecuados para usar en la presente memoria pueden ser no aromáticos; por ejemplo, polialquilimina, tal como polietileneimina (PEI), o polivinilamina (PVAm); o aromáticos, por ejemplo, antranilatos. Dichos materiales también pueden ser poliméricos o no poliméricos. En un aspecto, dichos materiales contienen al menos una amina primaria. En otro aspecto, un material que contiene un heteroátomo diferente al nitrógeno, por ejemplo, azufre, fósforo, o selenio, se puede usar como alternativa a los compuestos de amina. En otro aspecto más, el compuesto alternativo anteriormente mencionado se puede usar junto con compuestos de amina. En otro aspecto más, una única molécula puede comprender un resto amina y uno o más de los restos del heteroátomo alternativo, por ejemplo, tioles, fosfinas, y selenoles.

V. Sistemas de suministro de ciclodextrina (CD): Este enfoque tecnológico utiliza un oligosacárido cíclico o ciclodextrina para mejorar el suministro de perfume. De forma típica, se forma un complejo de perfume y ciclodextrina (CD). Dichos complejos se pueden preformar, formar in situ, o formarse en o dentro del emplazamiento.

VI. Acorde encapsulado en almidón (SEA): Los SEA son materiales de perfume encapsulados en almidón. Los almidones adecuados incluyen almidones modificados como almidón hidrolizado, almidón tratado con ácido, almidón que tiene grupos hidrófobos, tales como ésteres de almidón de hidrocarburos de cadena larga (C₅ o superior), acetatos de almidón, octenil succinato de almidón y mezclas de los mismos. En un aspecto, se emplean ésteres de almidón tales como los octenil succinatos de almidón. Los perfumes adecuados para su encapsulado incluyen los perfumes HIA, incluidos aquellos perfumes que tienen un punto de ebullición determinado a la presión estándar normal de 101,3 kPa (760 mmHg) de 275 °C o inferior, un coeficiente de reparto octanol/agua P de aproximadamente 2.000 o superior y un umbral de detección de olores inferior o igual a 50 partes por billón (ppb). En un aspecto, el perfume puede tener un logP de 2 o superior.

VII. Sistema de suministro con vehículo inorgánico (ZIC): Esta tecnología se refiere al uso de zeolitas porosas u otros materiales inorgánicos para suministrar perfumes. Se puede usar la zeolita cargada con perfume con o sin ingredientes adyuvantes usados por ejemplo para recubrir la zeolita cargada con perfume (PLZ) para cambiar sus propiedades de suministro de perfume durante el almacenamiento del producto o durante el uso o desde el emplazamiento seco. Otro ejemplo de un vehículo inorgánico adecuado incluye tubos inorgánicos, donde el perfume u otro material activo está incluido en la luz de los nano o microtubos. Los materiales monoméricos y/o poliméricos, incluida la encapsulación en almidón, se pueden usar para recubrir, tapar o encapsular de otra forma la PLZ.

VIII. Pro-Perfume (PP): Esta tecnología se refiere a tecnologías de perfume que resultan de la reacción entre materiales de perfume y otros sustratos o sustancias químicas para formar materiales que tienen un enlace covalente entre una o más PRM y uno o más vehículos. La PRM se convierte en un nuevo material denominado pro-PRM (es decir, pro-perfume), que a continuación puede liberar la PRM original tras su exposición a un disparador tal como agua o luz. Los ejemplos no limitativos de pro-perfumes incluyen aductos de Michael (por ejemplo, beta-amino cetonas), iminas aromáticas o no aromáticas (bases de Schiff), oxazolidinas, beta-ceto ésteres, y ortoésteres. Otro aspecto incluye compuestos que comprenden uno o más restos beta-oxi o beta-tio carbonilo que pueden liberar una PRM, por ejemplo, una cetona alfa-beta insaturada, aldehído o éster carboxílico.

a.) *Producto de reacción de amina (ARP)*: Para los fines de la presente solicitud, ARP es una subclase o especie de PP. También se pueden usar aminas poliméricas "reactivas" en las que la funcionalidad amina se hace reaccionar previamente con una o más PRM, de forma típica PRM que contienen un resto cetona y/o un resto aldehído, para formar el ARP. Típicamente, las aminas reactivas son aminas primarias y/o secundarias, y pueden formar parte de un polímero o un monómero (no polímero). Dichos ARP también se pueden mezclar con PRM adicionales para proporcionar las ventajas de la liberación asistida por polímero y/o liberación asistida por amina. Los ejemplos no limitativos de aminas poliméricas incluyen polímeros basados en polialquilaminas, tales como polietileneimina (PEI), o polivinilamina (PVAm). Los ejemplos no limitativos de aminas monoméricas (no poliméricas) incluyen hidroxilaminas, tales como 2-aminoetanol y sus derivados alquilsustituídos, y aminas aromáticas tales como antranilatos. Los ARP se pueden premezclar con perfume o añadirse por separado en aplicaciones con o sin aclarado. En otro aspecto, un material que contiene un heteroátomo diferente al nitrógeno, por ejemplo, oxígeno, azufre, fósforo, o selenio, se puede usar como alternativa a los compuestos de amina. En otro aspecto más, el compuesto alternativo anteriormente mencionado se puede usar junto con compuestos de amina. En otro aspecto más, una única molécula puede comprender un resto amina y uno o más de los restos del heteroátomo alternativo, por ejemplo, tioles, fosfinas, y selenoles.

En un aspecto, las PRM seleccionados de la Tabla 1 n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en sistemas de suministro de perfumes, basados en el peso total del sistema de suministro de perfume, de 0,001 % a 50 %, de 0,005 % a 30 %, de 0,01 % a 10 %, de 0,025 % a 5 %, o incluso de 0,025 % a 1 %.

En otro aspecto, los sistemas de suministro de perfume descritos en la presente memoria son adecuados para usar en productos de consumo, composiciones de tratamiento y limpieza, composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras, detergentes, y productos de consumo muy compactados que incluyen composiciones de limpieza y/o tratamiento de telas y/o superficies duras muy compactadas (por ejemplo, detergentes muy compactados sólidos o fluidos) en niveles basados en el peso total del producto de consumo, de 0,001 % a 20 %, de 0,01 % a 10 %, de aproximadamente 0,05 % a 5 %, de 0,1 % a 0,5 %.

En un aspecto, la cantidad de PRM seleccionadas de la Tabla 1 n.º 1, 4, 14 y 18 presente en los sistemas de suministro de perfume, basados en el peso total de la microcápsula y/o de la nanocápsula (sistema de depósito de suministro asistido por polímero (PAD)), puede ser de 0,1 % a 99 %, de 25 % a 95 %, de 30 % a 90 %, de 45 % a 90 %, o de 65 % a 90 %. En un aspecto, las microcápsulas y/o nanocápsulas pueden comprender una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y mezclas de las mismas. En otro aspecto, las microcápsulas y/o nanocápsulas pueden comprender una o más PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18.

En un aspecto, la cantidad total de perfume basado en el peso total de los encapsulados en almidón y aglomerados de almidón (acorde encapsulado en almidón (SEA)) está comprendida en un intervalo de 0,1 % a 99 %, de 25 % a 95 %, de 30 % a 90 %, de 45 % a 90 %, de 65 % a 90 %. En un aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1 n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en dichos encapsulados en almidón y aglomerados en almidón. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar combinadas en tales encapsulados en almidón y aglomerados en almidón.

En otro aspecto, la cantidad de perfume total, basado en el peso total de complejos [ciclodextrina - perfume] (Ciclodextrina (CD)) está comprendida en un intervalo de 0,1 % a 99 %, de 2,5 % a 75 %, de 5 % a 60 %, de 5 % a 50 %, de 5 % a 25 %. En un aspecto, las PRM descritas en la Tabla 1 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en dichos complejos [ciclodextrina - perfume]. Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar combinadas en dichos complejos de [ciclodextrina - perfume].

En otro aspecto, la cantidad total de perfume basado en el peso total de sistemas de matriz de liberación asistida por polímero (PAD) (incluidas las siliconas) está comprendida en un intervalo de 0,1 % a 99 %, de 2,5 % a 75 %, de 5 % a 60 %, de 5 % a 50 %, de 5 % a 25 %. En un aspecto, la cantidad de perfume total basado en el peso total de un sistema de sistema de suministro de perfume de masa fundida/sistema de matriz plástica cargada de perfume, y está comprendida en un intervalo de 1 % a 99 %, de 2,5 % a 75 %, de 5 % a 60 %, de 5 % a 50 %, de 10 % a 50 %. En un aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1 n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en dichos sistemas de matriz de liberación asistida por polímero (PAD), incluidos sistemas de suministro de perfume de masa fundida/sistema de matriz cargada de perfume. Dichas PRM y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en varias combinaciones en dichos sistemas de matriz de liberación asistida por polímero (PAD), (incluidos sistemas de suministro de perfume de masa fundida/sistema de matriz cargada de perfume).

5 En un aspecto, la cantidad total de perfume basado en el peso total de sistemas de liberación asistida por amina (AAD) (incluidas las siliconas) está comprendida en un intervalo de 1 % a 99 %, de 2,5 % a 75 %, de 5 % a 60 %, de 5 % a 50 %, de 5 % a 25 %. En un aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en sistemas de liberación asistida por amina (AAD). Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en dichos sistemas de liberación asistida por amina (AAD). En un aspecto, un sistemas de liberación asistida por amina (AAD) comprende una o más PRM, y estereoisómeros de las mismas, seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y mezclas de las mismas.

10 En un aspecto, la cantidad total de perfume basado en el peso total del producto de reacción de amina (ARP) está comprendida en un intervalo de 1 % a 99 %, de 2,5 % a 75 %, de 5 % a 60 %, de 5 % a 50 %, de 5 % a 25 %. En un aspecto, las PRM seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18 y los estereoisómeros de las mismas son adecuadas para usar en dichos sistemas de producto de reacción de amina (ARP). Dichas PRM y estereoisómeros de las mismas se pueden usar en varias combinaciones en dichos sistemas de producto de reacción de amina (ARP). En un aspecto, un sistemas de producto de reacción de amina (ARP) comprende una o más PRM, y estereoisómeros de las mismas, seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18, y mezclas de las mismas. En otro aspecto, un sistemas de producto de reacción de amina (ARP) comprende una o más PRM, y estereoisómeros de las mismas, seleccionadas de la Tabla 1, n.º 1, 4, 14 y 18.

20 Las tecnologías de suministro de perfume (también conocidas como sistema de suministro de perfume) que se describen en la presente memoria descriptiva se pueden usar en cualquier combinación en cualquier tipo de producto de consumo, composición de limpieza y/o tratamiento, composición de limpieza y/o tratamiento de tejidos y superficies duras, detergentes, y/o detergentes muy compactos.

25 Perfumes

30 Las PRM descritas en la Tabla 1 se pueden usar para formular perfumes. Dichos perfumes son combinaciones de las PRM que pueden comprender una combinación de las PRM de la Tabla 1, o una o más PRM de la Tabla 1 y una o más PRM. Cuando se utilizan en un perfume, las PRM de la Tabla 1 pueden emplearse, basadas en el peso total de la composición de perfumes, a niveles de 0,01 % a 50 %, de 0,1 % a 15 %, de 0,1 % a 10 % o incluso de 0,5 % a 10 %. Dichos perfumes pueden utilizarse en varias aplicaciones, incluida su aplicación en estado puro o usarse en un producto de consumo, composición de limpieza y/o tratamiento, composición de limpieza y/o tratamiento de tejidos y superficies duras, detergente y/o detergente muy compacto.

35 Materiales adyuvantes

40 Para los propósitos de la presente invención, la lista no limitativa de ingredientes adicionales ilustrados de aquí en adelante son adecuados para usarse en las composiciones detalladas en la presente memoria (por ejemplo productos de consumo, composiciones de limpieza y/o tratamiento, composiciones para limpieza y/o tratamiento de telas y superficies duras, detergentes, y/o detergentes muy compactos). Dichos materiales adyuvantes pueden incorporarse de forma deseable en determinadas realizaciones de las composiciones, por ejemplo para ayudar o mejorar el rendimiento de la composición, para el tratamiento del sustrato que se desea limpiar, o para modificar las propiedades estéticas de la composición como en el caso con perfumes, colorantes o tintes. Se entiende que dichos adyuvantes son adicionales a los componentes que se suministran mediante los perfumes y sistemas de perfume de los solicitantes detallados en la presente memoria. La naturaleza precisa de estos componentes adicionales y, los niveles en los que se incorporan, dependerán de la forma física de la composición y de la naturaleza de la operación para la cual se va a usar.

50 Los materiales adyuvantes adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, tensioactivos, aditivos reforzantes de la detergencia, agentes quelantes, agentes inhibidores de la transferencia de colorantes, dispersantes, enzimas, y estabilizadores de enzimas, materiales catalíticos, activadores del blanqueador, agentes dispersantes poliméricos, inhibidores para la eliminación/antirred deposición de manchas de arcilla, abrillantadores, supresores de las jabonaduras, tintes, sistemas de perfume y de suministro de perfume adicionales, agentes elastizantes de la estructura, suavizantes de tejidos, vehículos, hidrótrofos, coadyuvantes del proceso y/o pigmentos. Además de la descripción siguiente, ejemplos adecuados de otros adyuvantes de este tipo y niveles de uso se encuentran en US-5.576.282, US-6.306.812 B1 y US-6.326.348 B1.

60 Cada uno de los ingredientes adyuvantes no es esencial para las composiciones de los solicitantes. Por lo tanto, determinadas realizaciones de las composiciones del solicitante no contienen uno o más de los siguientes materiales adjuntos: activadores del blanqueador, tensioactivos, aditivos reforzantes de la detergencia, agentes quelantes, agentes inhibidores de la transferencia de colorantes, dispersantes, enzimas adicionales, y estabilizadores de enzimas, complejos de metales catalíticos, agentes dispersantes poliméricos, arcilla y agentes de eliminación de manchas/inhibidores de red deposición, abrillantadores, supresores de las jabonaduras, tintes, perfumes adicionales y sistemas de suministro de perfume, agentes elastizantes de la estructura, suavizantes de tejidos, vehículos, hidrótrofos, mejoradores del proceso y/o pigmentos. Sin embargo, cuando uno o más adyuvantes están presentes, dichos adyuvantes pueden estar presentes como se describe a continuación:

Tensioactivos: las composiciones según la presente invención pueden comprender un tensioactivo o sistema tensioactivo en el que el tensioactivo puede seleccionarse de tensioactivos no iónicos y/o aniónicos y/o catiónicos y/o anfólicos y/o de ion híbrido y/o tensioactivos no iónicos semipolares. El tensioactivo está presente, de forma típica, a un nivel de 0,1 %, de 1 %, ó incluso de 5 % en peso de las composiciones limpiadoras a 99,9 %, a 80 %, a 35 %, o incluso a 30 % en peso de las composiciones limpiadoras.

Aditivos reforzantes de la detergencia: las composiciones de la presente invención pueden comprender uno o más aditivos reforzantes de la detergencia o sistemas de aditivos reforzantes de la detergencia. Cuando están presentes, las composiciones comprenderán de forma típica al menos 1 % de aditivo reforzante de la detergencia, o de aproximadamente 5 % ó 10 % a 80 %, 50 %, o incluso 30 % en peso, de dicho aditivo reforzante de la detergencia. Los aditivos reforzantes de la detergencia incluyen, aunque no de forma limitativa, el metal alcalino, sales de amonio y de alcanolammonio de polifosfatos, silicatos de metal alcalino, carbonatos de metales alcalinotérreos y de metales alcalinos, aditivos reforzantes de la detergencia de tipo aluminosilicato, compuestos de tipo policarboxilato, hidroxipolicarboxilatos de éter, copolímeros de anhídrido maleico con etileno o vinilmetiléter, ácido 1,3,5-trihidroxibenceno-2,4,6-trisulfónico, y ácido carboximetiloxisuccínico, las diversas sales de metal alcalino, de amonio y de amonio sustituido de poli(ácido acético) como, por ejemplo, ácido etilendiaminotetraacético y ácido nitrilotriacético, así como policarboxilatos como, por ejemplo, ácido melítico, ácido succínico, ácido oxidisuccínico, ácido polimaleico, ácido benceno-1,3,5-tricarboxílico, ácido carboximetiloxisuccínico, y sales solubles de los mismos.

Agentes quelantes: las composiciones de la presente memoria pueden también contener de forma opcional uno o más agentes quelantes de cobre, hierro y/o manganeso. Si se utilizan, estos agentes quelantes generalmente comprenderán de 0,1 % en peso de las composiciones de la presente invención a 15 %, o incluso de 3,0 % a aproximadamente 15 % en peso de las composiciones de la presente invención.

Agentes inhibidores de la transferencia de colorantes: las composiciones de la presente invención pueden también incluir uno o más agentes inhibidores de la transferencia de colorantes. Los agentes poliméricos inhibidores de la transferencia de colorantes adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, polímeros de polivinilpirrolidona, polímeros de N-óxido de poliamina, copolímeros de N-vinilpirrolidona y N-vinilimidazol, poliviniloxazolidonas y polivinilimidazoles o mezclas de los mismos. Cuando están presentes en las composiciones de la presente invención, los agentes inhibidores de la transferencia de colorantes están presentes a niveles de 0,0001 %, de 0,01 %, de 0,05 % en peso de las composiciones limpiadoras a 10 %, 2 %, o incluso aproximadamente 1 %, en peso de las composiciones limpiadoras.

Dispersantes: las composiciones de la presente invención también pueden contener dispersante. Los materiales orgánicos hidrosolubles adecuados son los ácidos homopoliméricos o copoliméricos o sus sales, en los que el ácido policarboxílico puede comprender al menos dos radicales carboxilo separados entre sí por no más de dos átomos de carbono.

Enzimas: las composiciones pueden comprender una o más enzimas detergentes que proporcionan ventajas de capacidad limpiadora y/o de cuidado de tejidos. Ejemplos de enzimas adecuadas incluyen, aunque no de forma limitativa, hemicelulasas, peroxidases, proteasas, celulasas, xilanasas, lipasas, fosfolipasas, esterases, cutinasas, pectinasas, queratanasas, reductasas, oxidasas, fenoloxidasas, lipoxigenasas, ligninasas, pululaninas, tanninas, pentosanasas, malanasas, β -glucanasas, arabinosidasas, hialuronidasa, condroitinasa, laccasa y amilasas, o mezclas de las mismas. Una combinación típica es una combinación de enzimas aplicables convencionales como proteasa, lipasa, cutinasa y/o celulasa junto con amilasa.

Estabilizadores de enzima: las enzimas para usar en las composiciones, por ejemplo, detergentes, pueden estabilizarse mediante diversas técnicas. Las enzimas utilizadas en la presente invención pueden estabilizarse mediante la presencia de fuentes solubles en agua de iones de calcio y/o magnesio en las composiciones terminadas que proporcionan dichos iones a las enzimas.

Complejos de metales catalíticos: las composiciones de los solicitantes pueden incluir complejos de metales catalíticos. Un tipo de catalizador del blanqueador que contiene metal es un sistema catalizador que comprende un catión de metal de transición de actividad catalítica del blanqueador definida, como, por ejemplo, cationes de cobre, hierro, titanio, rutenio, tungsteno, molibdeno o manganeso, un catión de metal auxiliar que tiene poca o ninguna actividad catalítica del blanqueador como, por ejemplo, cationes de cinc o aluminio, y un secuestrante que tiene constantes de estabilidad definidas para los cationes catalíticos y de metales auxiliares, especialmente, ácido etilendiaminotetraacético, ácido etilendiaminotetra(metilén fosfónico) y sales solubles en agua de los mismos. Dichos catalizadores se describen en US-4.430.243.

Si se desea, las composiciones de la presente memoria pueden catalizarse mediante un compuesto de manganeso. Estos compuestos y sus niveles de uso son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, los catalizadores basados en manganeso descritos en US-5.576.282. Se conocen catalizadores del blanqueador de tipo cobalto útiles en la presente memoria, y se describen, por ejemplo, en US-5.597.936 y en US-5.595.967. Estos catalizadores de tipo cobalto se preparan fácilmente mediante procedimientos conocidos como los descritos, por ejemplo, en US-5.597.936 y en US-5.595.967.

Las composiciones de la presente invención pueden incluir también, de forma adecuada, un complejo metálico de transición de un ligando rígido macropolicíclico -abreviado como "MRL". De forma práctica y sin intención de limitación, las composiciones limpiadoras y los procesos de limpieza de la presente memoria pueden ajustarse para proporcionar del orden de al menos una parte por cien millones de las especies MRL de agentes beneficiosos en el medio acuoso de lavado y preferiblemente proporcionarán de 0,005 ppm a 25 ppm, de 0,05 ppm a 10 ppm o incluso de 0,1 ppm a 5 ppm, del MRL en el licor de lavado. Los metales de transición adecuados en los catalizadores de blanqueo de metal de transición de la presente invención incluyen manganeso, hierro y cromo. Los MRL adecuados de la presente memoria son un tipo especial de ligando ultrarrígido con puentes reticulados como 5,12-dietil-1,5,8,12-tetraazabicyclo[6.6.2]hexa-decano. Los MRL de metales de transición adecuados se preparan fácilmente mediante procedimientos conocidos como los descritos, por ejemplo, en WO 00/32601 y US-6.225.464.

Métodos de utilización

Algunos de los productos de consumo descritos en la presente invención se pueden utilizar para limpiar o tratar un sitio, entre otros, una superficie o un tejido. De forma típica, al menos una parte de este sitio entra en contacto con una realización de la composición de los solicitantes, en forma pura o diluida en una solución, por ejemplo, una solución de lavado y, a continuación, el sitio se puede lavar y/o aclarar de forma opcional. En un aspecto, un sitio se lava y/o aclara de forma opcional, se pone en contacto con una partícula según la presente invención o composición que comprende dicha partícula y, a continuación, se lava y/o aclara de forma opcional. Para los fines de la presente invención, el lavado incluye, aunque no de forma limitativa, frotado y agitación mecánica. El tejido puede comprender cualquier tejido que se pueda lavar o tratar en condiciones normales de uso por parte del consumidor. Las soluciones que pueden comprender las composiciones descritas pueden tener un pH de 3 a 11,5. Dichas composiciones se emplean de forma típica a concentraciones de aproximadamente 500 ppm a aproximadamente 15.000 ppm, en solución. Cuando el disolvente de lavado es agua, la temperatura del agua de forma típica es de 5 °C a 90 °C y, cuando el sitio comprende un tejido, la relación agua : tejido es de forma típica de 1:1 a 30:1.

Métodos de ensayo

Se entiende que los métodos de ensayo que se describen en la sección Método de ensayo de la presente solicitud se pueden utilizar para determinar los valores respectivos de los parámetros de la invención del solicitante tal y como dicha invención es descrita y reivindicada en la presente memoria.

(1) ClogP

El "logP calculado" (ClogP) se determina mediante el enfoque de fragmentos de Hansch y Leo (véase, 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). Los valores ClogP se pueden calcular utilizando el programa "CLOGP" comercializado por Daylight Chemical Information Systems Inc. de Irvine, California, EE. UU.

(2) Punto de ebullición

El punto de ebullición se mide mediante el método ASTM D2887-04a, "Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography," ASTM International.

(3) Relación de espacio superior

- (a) Obtener una formulación de producto de consumo (champú o acondicionador para no aclarar) sin perfume.
- (b) Obtener microcápsulas de fragancia cuyo contenido en agua se ha ajustado para conseguir un contenido de perfume de 25 % en peso en la suspensión acuosa.
- (c) Preparar la Muestra A añadiendo 2,0 gramos de la suspensión acuosa de microcápsulas de fragancia a 95 gramos de formulación de producto de consumo sin perfume. A continuación, añadir 3,0 gramos de agua desionizada para equilibrar la formulación a 100 gramos. Envejecer esta formulación durante 1 semana a 40 grados Centígrados.
- (d) Preparar la Muestra B añadiendo 0,50 gramos de la fragancia pura a 95 gramos de formulación de producto de consumo sin perfume. A continuación, añadir 4,5 gramos de agua desionizada para equilibrar la formulación a 100 gramos. Envejecer esta formulación durante 1 semana a 40 grados Centígrados.

La relación de espacio superior para determinar los escapes de perfume desde un sistema de suministro de perfume se define como la concentración de Muestra A en el espacio superior dividida por la concentración de Muestra B en el espacio superior,

$$\frac{H_{\text{Muestra_A}}}{H_{\text{Muestra_B}}}$$

donde $H_{Muestra_A}$ es la concentración del espacio superior de la Muestra A de una formulación de producto de consumo, y $H_{Muestra_B}$ es la concentración del espacio superior de una Muestra B de una formulación de producto de consumo.

- 5 La relación de espacio superior para determinar la eficacia de suministro de perfume desde un sistema de suministro de perfume se define como la concentración de Muestra A en el espacio superior dividida por la concentración de Muestra B en el espacio superior,

$$\frac{H_{Muestra_B}}{H_{Muestra_A}}$$

- 10 donde $H_{Muestra_A}$ es la concentración del espacio superior de la Muestra A de una formulación de producto de consumo, y $H_{Muestra_B}$ es la concentración del espacio superior de una Muestra B de una formulación de producto de consumo.

- 15 Se utiliza la extracción en microfase sólida (SPME)-Cromatografía de gases/Espectroscopía de masas para medir el nivel de las materias primas de perfume en el espacio superior de los productos. Se introduce 1,0 gramos de la muestra envejecida durante una semana a 40 °C (champú o acondicionador) en un vial limpio de 20 ml de espacio superior y se deja equilibrar durante al menos 2 horas a temperatura ambiente.

- 20 A continuación, las muestras se analizaron con el sistema de análisis MPS2-SMPE-GC-MS (GC-02001-0153, MSD-02001-0154, MPS2-02001-0155).

Aparato:

- 25 1. Vial de espacio superior de 20 ml
 2. Cronómetro.
 3.3. Cromatógrafo de gases (CG): Agilent modelo 6890 con un inyector CIS-4 (Gerstel, Mulheim, Alemania) y automuestreador MPS-2 y TDU. Para el análisis con SPME, los inventores utilizaron un inyector con división de flujo/sin división de flujo (no el inyector CIS-4).
 4. Columna CG: J&W DB-5 MS, 30 M x 0,25 mm ID, espesor de película de 1,0 m obtenida de J&W Scientific of Folsom, California, EE. UU.
 30 5. Gas vehículo, helio, caudal 1,5 cm³/min (1,5 ml/minuto).
 6. El revestimiento del inyector es un revestimiento de SPME especial (ID 0,75 mm) de Supelco.
 7. El detector es un detector selectivo de masa modelo 5973 Obtenido de Agilent Technologies, Inc., Wilmington, DE, EE. UU., que tiene una temperatura de la fuente de aproximadamente 230 °C y una temperatura MS Quad de 150 °C.

- 35 Procedimiento de análisis:

1. Transferir la muestra a una bandeja de muestra limpia y realizar el análisis SPME-GC-MS.
 2. Iniciar la secuencia de carga de la muestra y el análisis. En esta etapa, la muestra se deja equilibrar durante al menos dos horas en la bandeja del automuestreador, a continuación, se muestrea directamente desde la bandeja. La unidad de fibra de SPME es DVB/CAR/PDMS (50/30 um, 0,6 mm (24 ga), 1 cm de longitud). El tiempo de muestreo es de 5 minutos.
 3. Temperatura del inyector es de 260 °C
 4. A continuación se inicia el ciclo de análisis por GC-MS. El tiempo de desorción es 5 minutos.
 45 5. Se utiliza el siguiente programa de temperatura:
 i) una temperatura inicial de aproximadamente 50 °C que se mantiene durante 3 minutos,
 ii) aumentar la temperatura inicial a una velocidad de aproximadamente 6 °C/min hasta que se alcanza una temperatura de 250 °C, a continuación de 25 °C/min a 275 °C, mantenida a 275 °C durante 4,67 minutos.
 6. Los compuestos responsables del perfume se identifican utilizando las bibliotecas espectrales EM de John Wiley & Sons y del National Institute of Standards and Technology (NIST), adquiridos por licencia de Hewlett Packard.
 50 7. Los picos cromatográficos de los iones específicos se integraron usando el programa informático Chemstation obtenido de Agilent Technologies, Inc., Wilmington, DE, EE. UU.
 8. La relación para cada PRM se calculó dividiendo el área de pico de la materia prima de perfume de la Muestra A por el área del pico de la Muestra B.
 9. Cada relación se pondera a continuación por la composición en peso de la materia prima de perfume en el perfume.
 55 10. Se calcula la relación del espacio superior como la suma de las relaciones de las materias prima de perfume individuales obtenidas en la etapa 9.

- 60 (4) El escape de perfume también se puede evaluar mediante % de extracción líquido-líquido y análisis mediante cromatografía de gases con espectrómetro de masas acoplado

Cuando se determina el índice de escape de perfume a partir de microcápsulas de perfume en el detergente líquido, debe analizarse en paralelo también, para obtener una referencia, una muestra fresca de detergente líquido con un mismo nivel de perfume libre (sin microcápsulas de perfume).

- 5
1. Preparación de una solución de patrón interno
- Solución madre de tonalide: Pesar 70 mg de tonalide y añadir 20 ml de hexano p.a.
 - Solución de patrón interno: Diluir 200 µl de solución madre en 20 ml de hexano p.a.
 - Mezclar para homogeneizar
- 10
2. Extracción de perfume de detergente líquido sin microcápsulas de perfume (referencia)
- Pesar 2 g de producto detergente líquido en un recipiente de extracción
 - Añadir 2 ml de solución de patrón interno y cerrar el recipiente
 - Extraer el perfume girando de arriba a abajo con cuidado el recipiente de extracción 20 veces (de forma manual)
 - Añadir una punta de cuchara de sulfato de sodio
 - Tras la separación de las capas, transferir inmediatamente la capa de hexano a un vial automuestreador para cromatógrafo de gases y tapar el vial
 - Inyectar sin división (1,5 µl) en la entrada de inyección del cromatógrafo de gases
 - Llevar a cabo el análisis mediante cromatografía de gases con espectrómetro de masas acoplado
- 15
- 20
3. Extracción de perfume del detergente líquido con microcápsulas de perfume
- Pesar 2 g de producto detergente líquido en un recipiente de extracción
 - Añadir 2 ml de solución de patrón interno y cerrar el recipiente
 - Extraer el perfume girando de arriba a abajo con cuidado el recipiente de extracción 20 veces (de forma manual)
 - Añadir una punta de cuchara de sulfato de sodio
 - Tras la separación de las capas, transferir inmediatamente la capa de hexano a un vial automuestreador para cromatógrafo de gases y tapar el vial
 - Inyectar sin división (1,5 µl) en la entrada de inyección del cromatógrafo de gases
 - Llevar a cabo el análisis mediante cromatografía de gases con espectrómetro de masas acoplado
- 25
- 30
- 35
4. Cálculo
- El escape de perfume de las cápsulas por materia prima de perfume individual:
- $$\% \text{ escape de perfume} = \left(\frac{\text{Área de la materia prima de perfume protegida} \times \text{Área de la solución de patrón interno ref} \times \text{Peso ref}}{\text{Área de la solución de patrón interno protegida} \times \text{Área de la materia prima de perfume ref} \times \text{Peso protegido}} \right) \times 100$$
- 40
- (5) *Umbral de detección de olor (ODT)*
- Determinado utilizando un cromatógrafo de gases. El cromatógrafo de gases se calibra para determinar el volumen exacto de material inyectado con la jeringa, la relación de separación precisa y la respuesta de hidrocarburos utilizando un patrón de hidrocarburo con una concentración y una distribución de longitud de cadena conocidas. El flujo de aire se mide con exactitud y, tomando 12 segundos como la duración de una inhalación humana, se calcula el volumen analizado. Puesto que se conoce la concentración exacta en el detector en todo momento, también se conoce la masa por volumen inhalado y, por tanto, la concentración del material.
- 45
- 50
- Por ejemplo, para determinar si un material tiene un umbral inferior a 50 partes por mil millones (ppb), se suministran las soluciones al puerto de inhalación a la concentración calculada. Un panelista inhala el efluente del CG e identifica el tiempo de retención cuando percibe el olor. El promedio de los panelistas determina el umbral de percepción. Se inyecta la cantidad necesaria de analito en la columna para lograr una concentración de 50 partes por mil millones en el detector. Más abajo se presentan los parámetros típicos del cromatógrafo de gases para determinar los umbrales de detección de olor:
- 55
- CG: 5890 Series II con detector FID, automuestreador 7673
 Columna: J&W Scientific DB-1
 Longitud: 30 metros, 0,25 milímetros de diámetro interior, espesor de la película 1 micrómetro
- 60
- Método:
- Inyección de división: Proporción de división 17/1
 - Automuestreador: 1,13 microlitros por inyección
 - Flujo de columna: 1,10 centímetros cúbicos por minuto (1,10 mililitros por minuto)
 - Flujo de aire: 345 centímetros cúbicos por minuto (345 mililitros por minuto)
 - Temperatura de la entrada: 245 grados centígrados
- 65

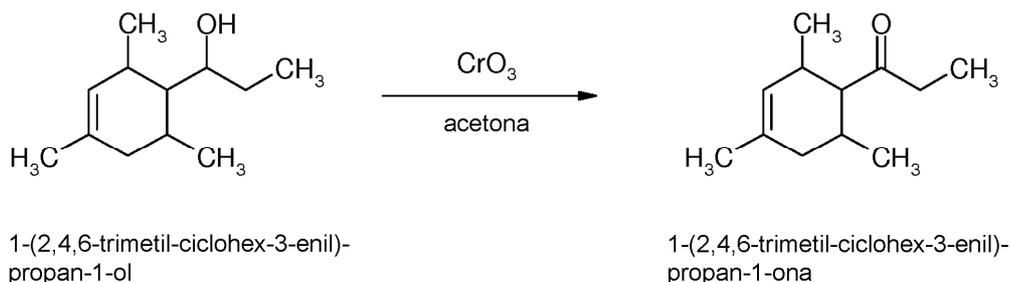
- Temperatura del detector: 285 grados centígrados
- Temperatura inicial = 50 grados centígrados, velocidad de rampa de 5 grados centígrados por minuto, temperatura final = 280 grados centígrados, tiempo final = 6 minutos
- Supuestos importantes: 12 minutos por cata, el aire del GC se añade a la dilución de la muestra

5

Ejemplos

Ejemplo 1: Síntesis de las moléculas de la Tabla 1:

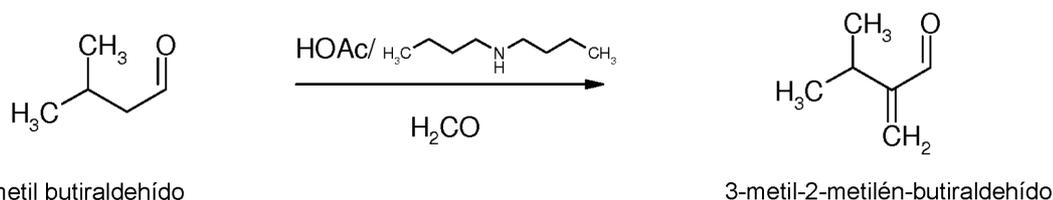
10 *Síntesis de la molécula n.º 14 de la Tabla 1:*



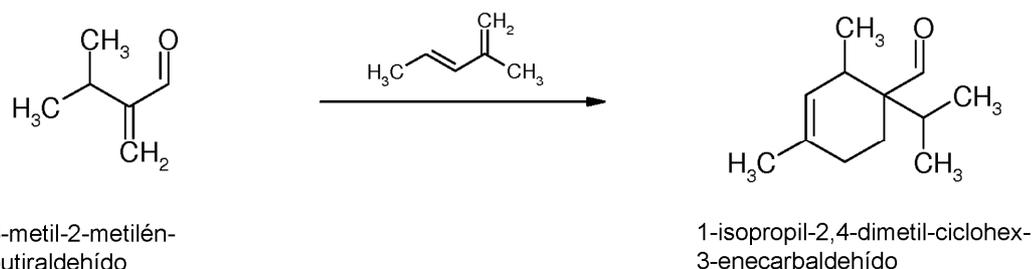
15 Preparación de 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona: El 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ol (182 g, 1,0 mol) disuelto en acetona (400 ml) se añadió gota a gota a una solución de trióxido de cromo (CrO₃, 108 g, 1,08 mol) en ácido sulfúrico acuoso (H₂SO₄, 400 ml, 172 g en agua) a -10 °C. La mezcla resultante se envejeció durante 2 horas a medida que la mezcla se calentaba a 0 °C. La mezcla se diluyó seguidamente con agua y se extrajo con tolueno. La capa orgánica se concentró mediante un evaporador giratorio y se destiló con fraccionamiento para obtener 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona (113 g, rendimiento del 63 %) en forma de líquido incoloro.

20 Los datos de ¹H NMR y ¹³C NMR coincidieron con los comunicados previamente (Véase, *J. Am. Chem. Soc.* 1997, 119, páginas 3507-3512).

25 *Síntesis de la molécula n.º 2 de la Tabla 1:*

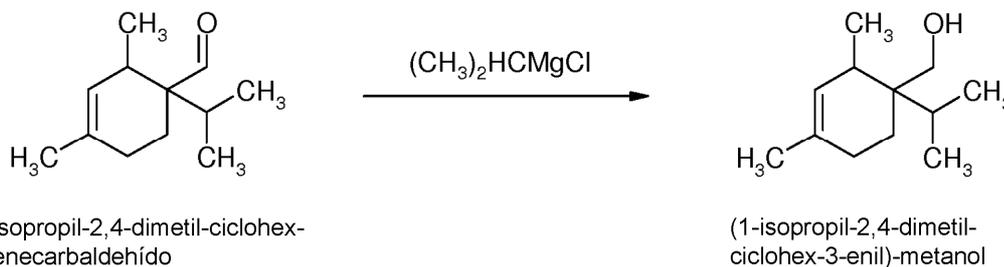


30 Preparación de 3-metil-2-metilén-butiraldehído: Se mezclaron di-n-butilamina (75 g, 0,58 mol) y ácido acético (70 g, 1,16 mol) en un balón de 5 L. Seguidamente se añadió formaldehído (1,411 Kg, 17,4 mol) y la mezcla resultante se calentó a 50 °C. El isovaleraldehído (1 Kg, 11,6 mol) se introdujo en la mezcla de reacción a 50 °C durante más de 2,5 horas. Una vez completada la introducción, el análisis de cromatografía de gases (análisis de CG) indicó que la reacción estaba completa en un 92 %. La mezcla de reacción que contiene 3-metil-2-metilénbutiraldehído se enfrió a temperatura ambiente y se lavó con una solución saturada de carbonato sódico.

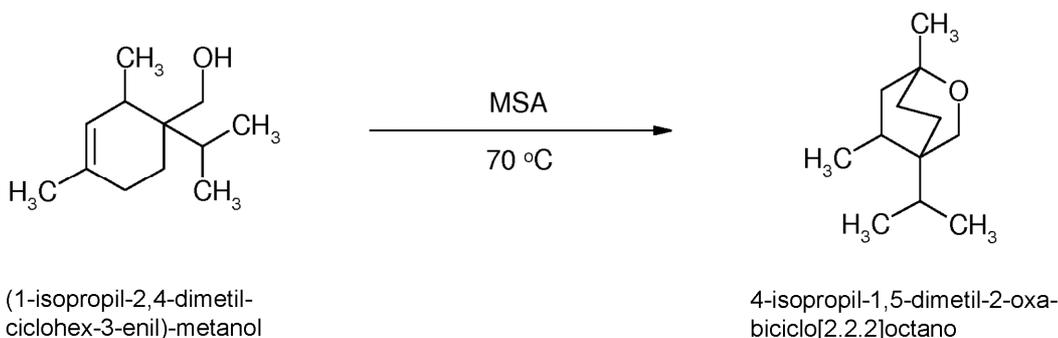


40 Preparación de 1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enecarbaldehído: Se puso metilpentadieno (428 g, 5,1 mol) en un autoclave de acero inoxidable que contenía la mezcla de reacción de 3-metil-2-metilénbutiraldehído (500 g, 5,1 mol, obtenido como se detalla arriba) y se calentó a 200 °C. La reacción se siguió mediante análisis de CG y se paró cuando se observó una tasa de conversión del 75 %. La mezcla resultante se enfrió posteriormente a

temperatura ambiente y se retiró del autoclave. El producto bruto 1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enecarbaldehído se disolvió en tolueno y se destiló azeotrópicamente a sequedad a presión reducida.

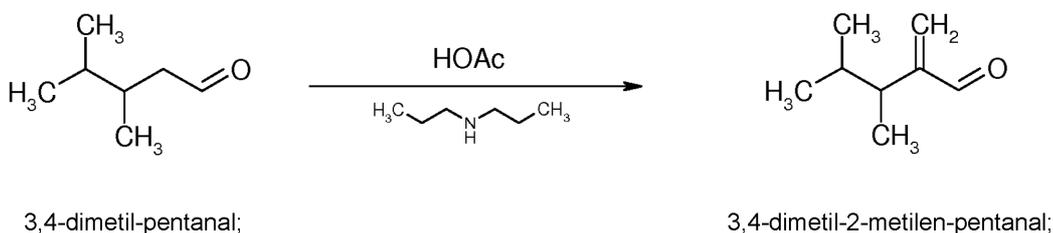


5 Preparación de (1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enil)-metanol: Se introdujo cloruro de isopropilmagnesio ((CH₃)₂HCMgCl) en tetrahidrofurano (THF) (1,6 L, 3,2 mol) en un balón de 5 L secado a la llama. Se añadió THF adicional (1 L). Seguidamente se añadió 1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enecarbaldehído (obtenido como se ha detallado arriba) durante más de 2 horas a 0 °C bajo nitrógeno. La mezcla de reacción se envejeció a 0 °C durante otras 3 horas y seguidamente se templó vertiendo la mezcla de reacción a una solución de ácido sulfúrico (10 %) en hielo picado. La capa orgánica se separó, se lavó con una solución de carbonato sódico, y se destiló para obtener (1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enil)-metanol.

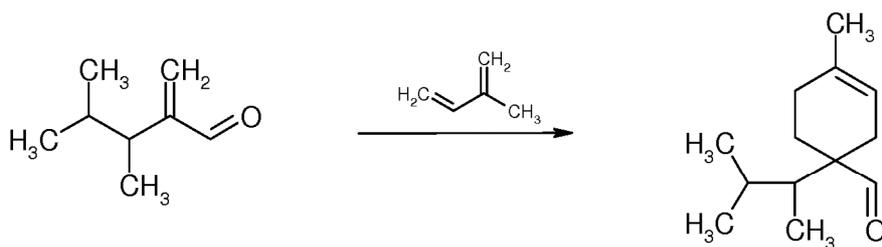


15 Preparación de 4-isopropil-1,5-dimetil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano: El (1-isopropil-2,4-dimetil-ciclohex-3-enil)-metanol (165 g, 0,9 mol, obtenido como se ha detallado arriba) se disolvió en tolueno con ácido metanosulfónico (MSA, 5 g, 0,05 mol). La solución resultante se calentó a 70 °C y se envejeció a 70 °C durante 2 horas. El análisis mediante CG mostró la finalización de la ciclación. La mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente, se lavó con una solución de carbonato sódico, y se destiló para obtener 4-isopropil-1,5-dimetil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano.

Síntesis de la molécula n. °3 de la Tabla 1:



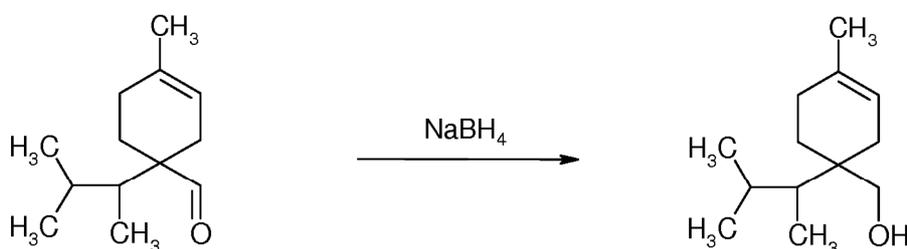
25 Preparación de 3,4-dimetil-2-metilen-pentanal: Se introdujeron dibutilamina (34 g), ácido acético (15,78 g), y formaldehído (230 g) en un matraz de reacción y se calentó a 70 °C. El 3,4-dimetilpentanal (500 g) se añadió durante 2 horas y se envejeció durante otra hora adicional. La mezcla de reacción se enfrió y se añadió tolueno (200 ml). La mezcla de reacción se lavó sucesivamente con agua (2 L, solución de carbonato sódico (1 L), y salmuera (1 L) para obtener el producto bruto 3,4-dimetil-2-metilen-pentanal.



3,4-dimetil-2-metilen-pentanal;

1-(1,2-dimetil-propil)-4-metil-ciclohex-3-enecarbaldehído

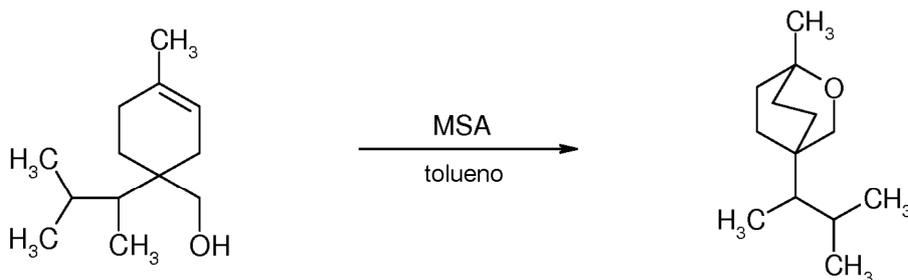
- 5 Preparación de 1-(1,2-dimetilpropil)-3-metil-ciclohex-3-enecarbaldehído: Se introdujeron 3,4-dimetil-2-metilen-pentanal (550 g, obtenido como se detalla arriba) y 393 g de isopreno a una bomba Parr, se calentó a 160 °C, y se envejeció durante 12 horas. El material obtenido en el proceso rápido proporcionó una recuperación del ~32 % de 1-(1,2-dimetilpropil)-4-metil-ciclohex-3-enecarbaldehído (415 g).



1-(1,2-dimetil-propil)-4-metil-ciclohex-3-enecarbaldehído

[1-(1,2-dimetil-propil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-metanol

- 10 Preparación de [1-(1,2-dimetilpropil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-metanol: Se añadió el 1-(1,2-dimetil-propil)-4-metil-ciclohex-3-enecarbaldehído (415 g) y metanol (300 ml) a un matraz de reacción. Se añadió borohidruro sódico (15 g) lentamente y la temperatura se mantuvo a 35 °C con un baño de hielo. La mezcla de reacción se envejeció durante 2 horas y se templó con HCl (42 g) y hielo, y se extrajo con tolueno. La mezcla de reacción se lavó hasta ser neutra. El material obtenido en el proceso rápido proporcionó la recuperación de [1-(1,2-dimetilpropil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-metanol (366 g).



[1-(1,2-dimetil-propil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-metanol

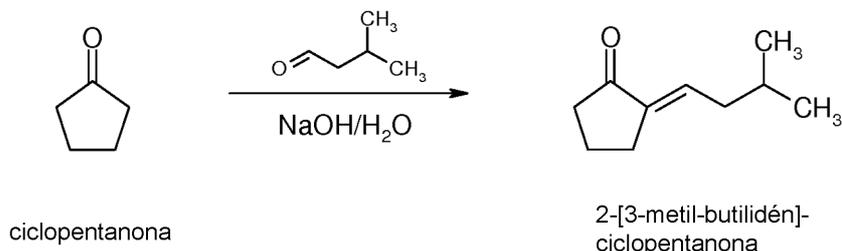
4-(1,2-dimetil-propil)-1-metil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano

- 20 Preparación de 4-(1,2-dimetilpropil)-1-metil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano: Se introdujeron [1-(1,2-dimetilpropil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-metanol (268 g, obtenido como se ha descrito arriba), MSA (10 g), y tolueno (300 ml) en un matraz de reacción de 2 L, se calentó a 60 °C, y se envejeció durante 12 horas. La mezcla de reacción se enfrió, se lavó con una solución de carbonato sódico, y se destiló para obtener 4-(1,2-dimetilpropil)-1-metil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano (146 g).

25

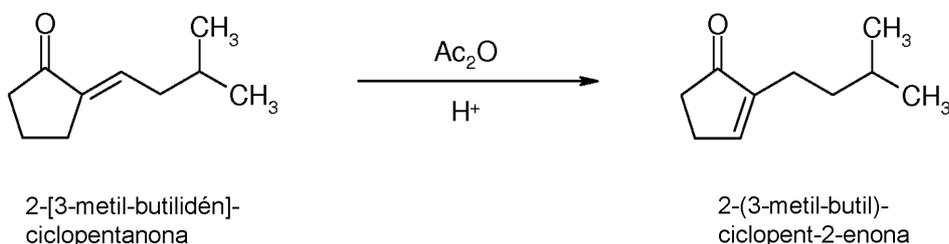
30

Síntesis de la molécula n.º 4 de la Tabla 1:



5 Preparación de 2-[3-metil-butilidén]-ciclopentanona: Se introdujeron agua (1,9 L) e hidróxido sódico (NaOH, 40 g, sosa cáustica al 50 %) en un matraz y se calentó a 80 °C. Se introdujo lentamente una premezcla de ciclopentanona (840 g, 10 mol) e isovaleraldehído (1,05 Kg, 12 mol) durante más de 5 horas. La mezcla de reacción se envejeció a 80 °C durante otros 30 minutos, se enfrió a temperatura ambiente y se templó con ácido acético (120 g, 2 mol). Un proceso rápido proporcionó el producto bruto 2-[3-metil-butilidén]-ciclopentanona.

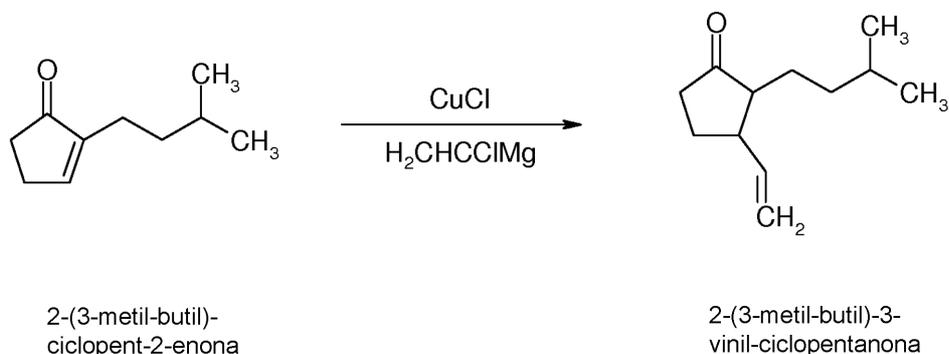
10



15

Preparación de 2-(3-metilbutil)-ciclopent-2-enona: Se introdujeron 2-(3-metilbutilidén)-ciclopentanona (1,093 Kg, 7,19 mol, obtenida como se ha detallado arriba), anhídrido acético (300 ml, 3,17 mol), ácido p-toluenosulfónico (PTSA, 10 g), y tolueno (500 ml) en un matraz y se calentó a 120-130 °C. Cuando el análisis por cromatografía de gases indicó el completado de la reacción, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente y se templó con una solución de Na_2CO_3 (100 ml). La mezcla resultante se lavó dos veces con salmuera (1 L). Un proceso rápido proporcionó el producto bruto 2-(3-metil-butil)-ciclopent-2-enona.

20



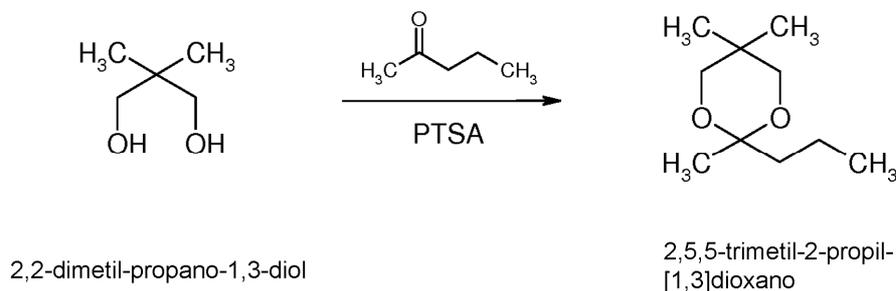
25

Preparación de 2-(3-metilbutil)-3-vinil ciclopentanona: Se introdujeron cloruro de vinilmagnesio ($\text{H}_2\text{CHCCIMg}$, 1 L) y cloruro cuproso a un matraz seco bajo nitrógeno y se enfrió a -25 °C con un baño de hielo seco. A la mezcla resultante se añadió 2-(3-metilbutil)-ciclopent-2-enona (226 g, 1,49 mol, obtenido como se ha descrito arriba) lentamente durante más de 4 horas, se envejeció durante otras 4 horas, y se dejó calentar a 0 °C. La mezcla de reacción se vertió seguidamente en una solución de ácido acético y se lavó hasta la neutralidad con una solución saturada de Na_2CO_3 . El proceso de destilación proporcionó el producto 2-(3-metilbutil)-3-vinil-ciclopentanona.

30

35

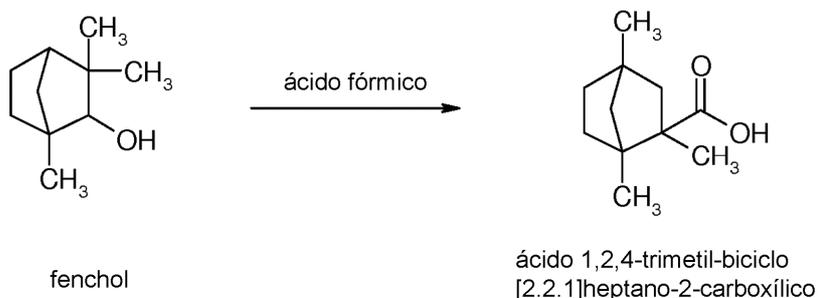
Síntesis de los ácidos carboxílicos utilizados en la síntesis de la molécula n. °5 de la Tabla 1:



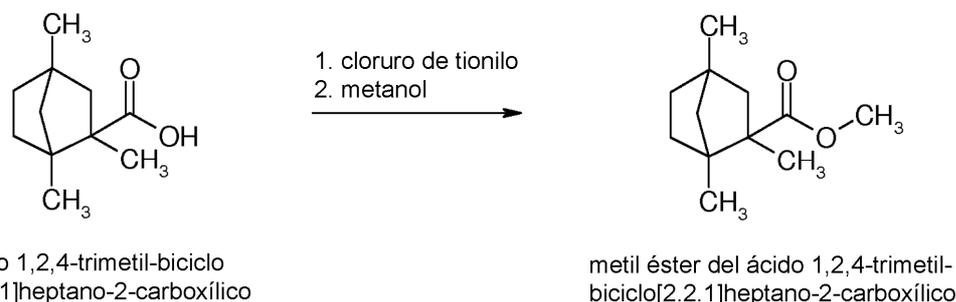
5 Preparación de 2,5,5-trimetil-2-propil-[1,3]dioxano: 2-pentanona, 2,2-dimetil-propano-1,3-diol, y una cantidad catalítica de ácido p-toluenosulfónico (PTSA) se refluieron en tolueno para obtener un producto bruto. La destilación proporcionó el producto 2,5,5-trimetil-2-propil-[1,3]dioxano.

10 ¹HNMR: 3,54 ppm (d, 2H, J=11,1 Hz), 3,44 ppm (d, 2H, J=10,7 Hz), 1,67 ppm (m, 2H), 1,44 ppm (m, 2H), 1,35 ppm (s, 3H), 1,00 ppm (s, 3H), 0,93 ppm (t, 3H, J=7,4 Hz), 0,90 ppm (s, 3H)

Síntesis de la molécula n. °6 de la Tabla 1:



15 Preparación de ácido 1,2,4-trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-carboxílico: Se añadió una solución de fenchol (179 g) en ácido fórmico (90 %, 157 g) a ácido sulfúrico (98 %) a 0-15 °C con agitación lenta. Al finalizar, la mezcla de reacción se agitó durante otras 2 horas y después se vertió en hielo. La mezcla de reacción se extrajo tres veces con tolueno (100 ml). Las fases orgánicas se combinaron y se extrajeron con hidróxido sódico acuoso (10 %, 500 ml). La fase orgánica se desechó. La fase acuosa se acidificó con ácido sulfúrico hasta pH<1, y después se extrajo con tolueno. La fase orgánica resultante se concentró para proporcionar ácido 1,2,4-trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-carboxílico (135 g, rendimiento del 73 %) en forma de sólido blanco.



25 Preparación de 1,2,4-trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-carboxilato de metilo: El ácido 1,2,4-trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-carboxílico (obtenido como se ha detallado arriba) se disolvió en cloruro de metileno (50 ml), y se añadió gota a gota al cloruro de tionilo (100 ml) a 50 °C. Después 1 hora, se destiló el cloruro de tionilo en exceso y se añadió metanol (100 ml). La mezcla de reacción se agitó toda la noche y seguidamente se vertió en bicarbonato sódico acuoso saturado. La mezcla resultante se extrajo con tolueno y a fase orgánica se destiló para obtener 1,2,4-trimetil-biciclo[2.2.1]heptano-2-carboxilato de metilo (65 g, rendimiento del 45 %).

Síntesis de la molécula n. °7 de la Tabla 1:

35 Preparación de 8-hidroxi-2,6-dimetil-nona-2,6-dieno: Se añadió metil litio a tetrahidrofurano (THF) (1,6 L, 1 M) en un matraz de reacción secado a la llama de 3 L provisto de un termómetro, un agitador mecánico, un

dividieron para desechar el residuo acuoso. La capa orgánica se volvió a introducir en el matraz. Se añadió tolueno (300 ml) y se retiró el agua con una trampa Bidwell-Sterling a través de un azeótropo. La mezcla resultante se enfrió a 50 °C. Se añadió MSA (28 g, 0,3 mol) y la mezcla de reacción se calentó a reflujo. El consumo de la materia prima se indicó transcurridas 3 horas. A continuación, la mezcla resultante se enfrió a temperatura ambiente y se lavó con una solución saturada de carbonato sódico (1 L) seguido de salmuera (1 L). La destilación y el fraccionamiento proporcionaron el producto 2,2,3a,7-tetrametil-octahidro-benzofurano (125 g).

Síntesis de la molécula n. °9 de la Tabla 1:

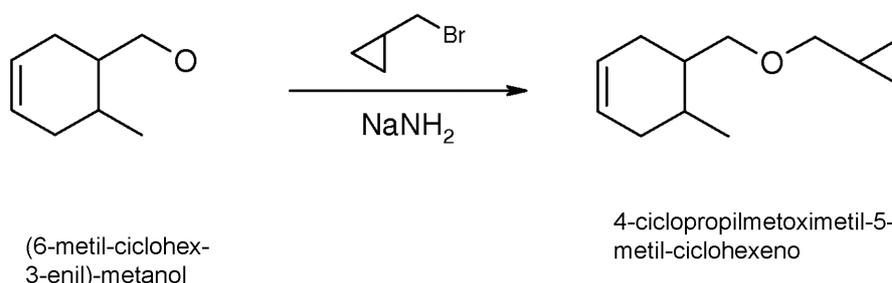
Preparación de 3a-isopropil-2,6-dimetil-octahidro-benzofurano: Se añadieron mentona (500 g), trimetilortoformiato (377 g) y metanol (400 ml) a un matraz de reacción de 3 L. En una parte, se añadió ácido clorhídrico (3 g) y la mezcla tuvo una reacción exotérmica aumentando la temperatura de 22 °C a 40 °C. La mezcla de reacción se envejeció durante 6 horas y se templó con solución de metóxido de sodio (35 g). Los materiales de bajo punto de ebullición se eliminaron, mientras que la mezcla de reacción se calentó a 90 °C. Se añadió alcohol alílico (404 g) y ácido acético (195 g) y la mezcla de reacción se calentó a 160 °C. La mezcla de reacción se mantuvo a 160 °C durante 3 horas, se enfrió a 25 °C, y se lavó con salmuera (500 ml). El producto bruto se destiló para obtener una mezcla de isómeros de alil mentona.

Se añadió Red-Al® (397 g) a un matraz de reacción de 2 L y se calentó a 55 °C. Los isómeros de alil mentona (248 g, obtenidos arriba) se introdujeron en el matraz y se dejó que la reacción exotérmica aumentara la temperatura a 70 °C. La mezcla de reacción se envejeció durante 8 horas y se templó con isopropanol (100 ml) seguido de una solución acuosa de hidróxido sódico (50 %, 307 g). La capa orgánica resultante se lavó con salmuera (500 ml). El alcohol bruto se destiló para obtener una mezcla de isómeros de alil mentol.

Se añadieron los isómeros de alil mentol (200 g, obtenidos arriba), tolueno (500 ml), y ácido metanosulfónico (MSA, 5 g) a un matraz de reacción de 1 L. La mezcla de reacción se calentó a 80 °C, se envejeció durante 8 horas, y después se enfrió a 22 °C y se lavó con una solución acuosa de carbonato sódico (10 %, 300 ml). La mezcla bruta resultante se purificó por destilación para producir 3a-isopropil-2,6-dimetil-octahidro-benzofurano

Síntesis de la molécula n. °10 de la Tabla 1:

30



Preparación de 4-ciclopropilmetoximetil-5-metil-ciclohexeno: En un matraz de reacción se añadieron tetrahidrofurano (THF A, 500 ml) y amida sódica (NaNH₂, 100 g, 2,6 moles) y se calentó a reflujo (~65 °C). Se añadió (6-metil-ciclohex-3-enil)-metanol (300 g, 2,3 mol). La mezcla de reacción se envejeció durante media hora. Seguidamente se introdujo bromometil ciclopropano (526 g, 3,9 mol) durante más de 2 horas a la temperatura de reflujo. La reacción se evaluó mediante cromatografía de gases. Una muestra de la mezcla de reacción se templó en alcohol isopropílico, agua y tolueno. Una vez completada la adición de bromometil ciclopropano, la reacción se envejeció durante un total de 6 horas. La mezcla de reacción se enfrió después a 10 °C y se templó con alcohol isopropílico (100 ml), agua (1 L), y tolueno (500 ml). En la preparación, la mezcla de reacción se acidificó con HCl (300 ml) y se lavó con solución de carbonato sódico (5 %, 500 ml) en un embudo de separación seguido de H₂O caliente hasta que el pH fue neutro. La destilación de la mezcla resultante proporcionó el producto 4-ciclopropilmetoximetil-5-metil ciclohexeno.

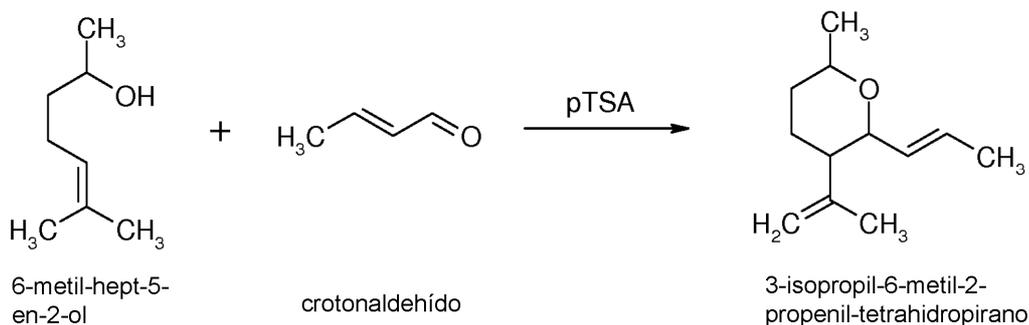
Síntesis de la molécula n. °11 de la Tabla 1:

45

Preparación de ciclopropanocarboxilato de 1-metilhexilo: Se añadieron 2-heptanol (200 g, 1,72 mol) y ácido ciclopropanocarboxílico (163 g, 1,90 mol) a tolueno (500 ml), seguido de ácido p-toluenosulfónico (3,2 g, 0,0172 mol). La mezcla de reacción se calentó a reflujo durante 6 horas, se enfrió a temperatura ambiente, y se templó con bicarbonato sódico acuoso (1 L). La mezcla de reacción se lavó a continuación con salmuera (0,5 L) y se secó sobre sulfato sódico (50 g). El disolvente se eliminó y la mezcla de reacción se destiló para proporcionar el producto 1- ciclopropanocarboxilato de 1-metilhexilo (253 g).

55

Síntesis de la molécula n.º 12 de la Tabla 1:



- 5 Preparación de 3-isopropil-6-metil-2-propenil tetrahidropirano: Se añadieron 6-metil-hept-5-en-2-ol (512 g, 3,8 mol, 96 %), tolueno (750 ml), y ácido p-toluenosulfónico (pTSA, 2,6 g) a un matraz y se calentó a 122 °C. Se añadió crotonaldehído (350 g, 5 mol) a la mezcla durante más de 3-4 horas a reflujo. Se retiró el agua con una trampa Bidwell-Sterling. La mezcla de reacción se envejeció durante 1 hora. La adición de patrón y el análisis de cromatografía de gases (CG) indicaron que quedaba aproximadamente el 11 % de la materia prima 6-metil-hept-5-en-2-ol. Se añadió crotonaldehído adicional (35 g, 0,5 mol). La mezcla de reacción se calentó a reflujo durante otros 45 minutos. Se recogieron aproximadamente 70 ml de agua y la temperatura final fue de aproximadamente 118 °C. El análisis de cromatografía de gases (CG) indicó que quedaba aproximadamente el 8 % de la materia prima 6-metil-hept-5-en-2-ol. La mezcla de reacción se templó con agua y se lavó una vez con solución de carbonato diluida. El consiguiente proceso rápido proporcionó el producto 3-isopropil-6-metil-2-propenil tetrahidropirano (493 g) con un punto de ebullición de 109 °C a una presión de 3,3 kPa (25 mmHg).

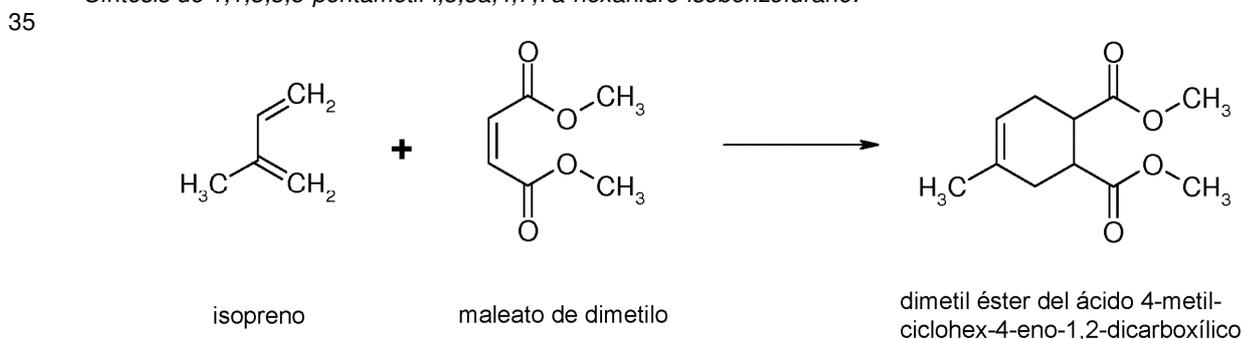
Síntesis de la molécula n.º 13 de la Tabla 1:

- 20 Preparación de acetato de 3-isopropil-1,2-dimetil-ciclopentilo: Se añadieron trans-dihidroplinol (165 g) y dimetilaminopiridina (2 g) a un balón de 1 L y se calentó a 80 °C. Se añadió anhídrido acético (143 g) a la mezcla resultante y se agitó a la misma temperatura hasta que la mayor parte de la materia prima se consumió. Seguidamente, la mezcla de reacción se enfrió a temperatura ambiente, se lavó con agua y carbonato sódico, y se extrajo con tolueno. Los disolventes orgánicos se eliminaron en vacío y la destilación fraccionada proporcionó el producto acetato de 3-isopropil-1,2-dimetil-ciclopentilo (45 g, rendimiento del 21 %).

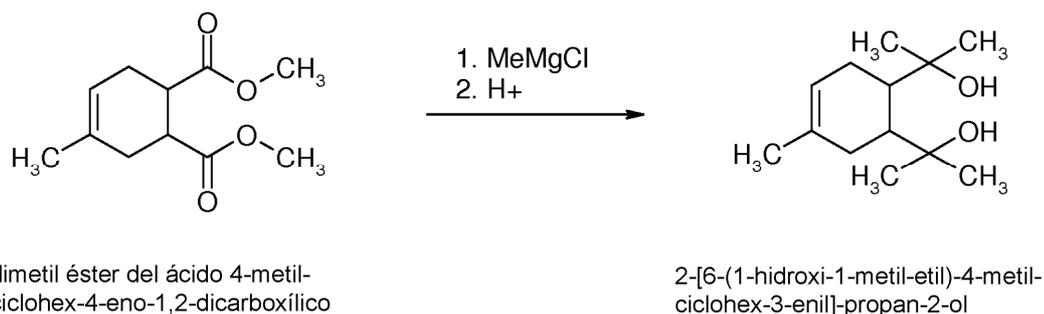
Síntesis de la molécula n.º 1 de la Tabla 1:

- 30 Preparación de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-enilidén)-butan-2-ona: Se añadió cetoéster (780 g) a un balón de 2 L y se calentó a 200 °C. Se añadió agua (2 equivalentes) gota a gota y el disolvente más ligero se retiró por medio de una trampa Bidwell-Sterling. La mezcla de reacción se enfrió entonces a temperatura ambiente. El producto bruto se secó sobre sulfato sódico anhidro. La destilación fraccionada proporcionó el producto 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-enilidén)-butan-2-ona (231 g).

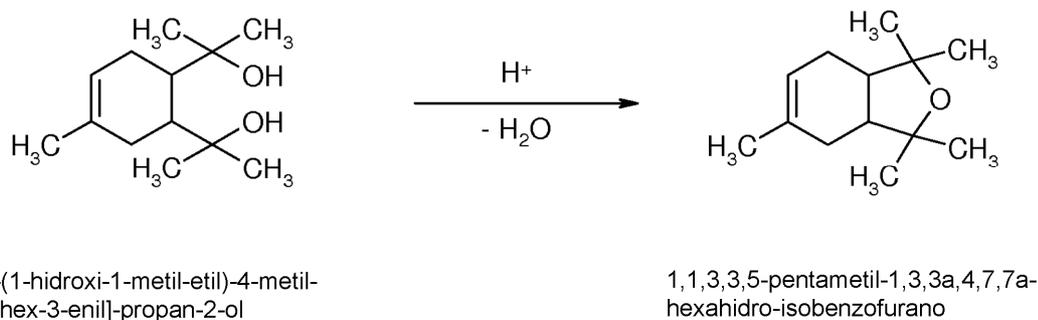
Síntesis de 1,1,3,3,5-pentametil-1,3,3a,4,7,7a-hexahidro-isobenzofurano:



- 40 Preparación de 4-metil-ciclohex-4-en-1,2-dicarboxilato de dimetilo: Se introdujeron isopreno (350 g, 5,1 mol) y maleato de dimetilo (741 g, 5,1 mol) en un autoclave de acero inoxidable. El autoclave se selló y se calentó a 150 °C. La temperatura del autoclave aumentó a 195 °C debido al calor de reacción. La temperatura se mantuvo a 160 °C durante 1 hora. El análisis de cromatografía de gases (CG) indicó el completado de la reacción. Seguidamente se enfrió el autoclave a temperatura ambiente. La destilación simple de la mezcla resultante proporcionó 4-metil-ciclohex-4-en-1,2-dicarboxilato de dimetilo (725 g, 3,4 mol, rendimiento del 66 %) en forma de líquido de color amarillo claro.

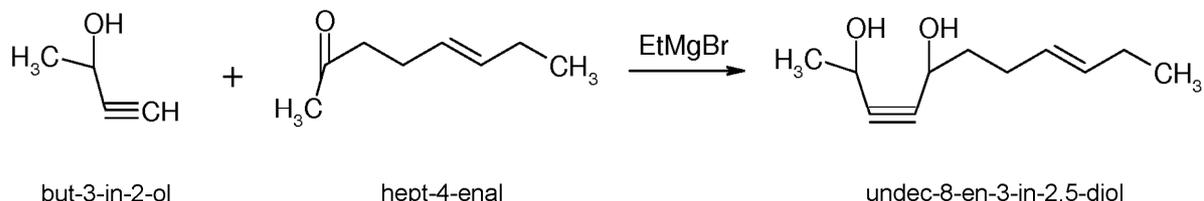


5 Preparación de 2-[6-(1-hidroxi-1-metil-etil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-propan-2-ol: Se introdujeron cloruro de metilmagnesio (MeMgCl, 3 M, 4,6 L, 13,6 mol) y tetrahidrofurano (THF, 2,5 L) en un balón de 12 L bajo nitrógeno. La solución resultante se enfrió hasta 0-10 °C utilizando un baño automático de hielo seco. El 4-metil-ciclohex-4-en-1,2-dicarboxilato de dimetilo (725 g, 3,4 mol, obtenido tal como se detalla arriba) se introdujo en el matraz de reacción bajo nitrógeno mientras la temperatura se mantuvo constante. El completado de la reacción se siguió mediante análisis de CG. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se templó vertiéndola en una solución de ácido sulfúrico (10 %) y hielo. Las capas resultantes se dividieron y las capas orgánicas se lavaron con una solución saturada de carbonato sódico. La mezcla resultante se redujo luego en volumen mediante el uso de un evaporador giratorio para obtener el producto bruto 2-[6-(1-hidroxi-1-metil-etil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-propan-2-ol (720 g, 3,3 mol).

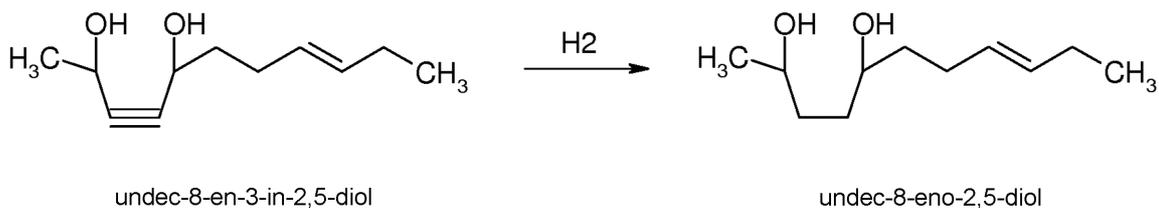


15 Preparación de 1,1,3,3,5-pentametil-1,3,3a,4,7,7a-hexahidro-isobenzofurano: El 2-[6-(1-hidroxi-1-metil-etil)-4-metil-ciclohex-3-enil]-propan-2-ol (720 g, 3,3 mol, obtenido como se ha detallado arriba) se introdujo en un balón con una trampa Bidwell-Sterling y se disolvió en tolueno (1 L). Se añadió un catalizador ácido, el ácido p-toluenosulfónico (PTSA, 40 g, 0,18 mol) y la mezcla se calentó a reflujo. El reflujo se mantuvo durante 1,5 horas. El agua se recogió en la trampa Bidwell-Sterling durante este período. El análisis de CG indicó el completado de la reacción. La mezcla resultante se redujo en volumen y se purificó por destilación fraccionada para proporcionar 1,1,3,3,5-pentametil-1,3,3a,4,7,7a-hexahidro-isobenzofurano (60 g, rendimiento del 9 %).

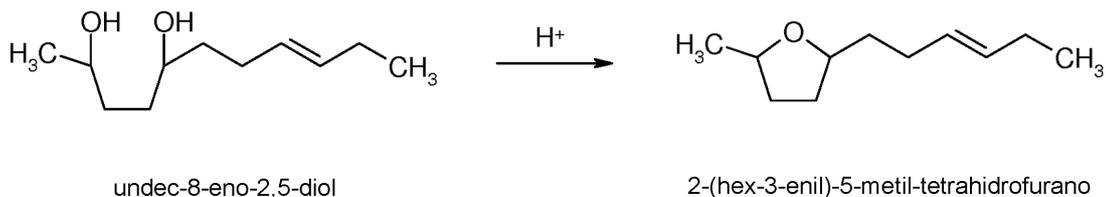
25 Síntesis de la molécula n.º 16 de la Tabla 1:



30 Preparación de undec-8-eno-2,5-diol: El but-3-in-2-ol se añadió a una solución de bromuro de etil-magnesio (EtMgBr) en tetrahidrofurano (THF). El hept-4-enal se vertió a la mezcla a temperatura ambiente y se envejeció durante 2 horas. El proceso rápido proporcionó el producto undec-8-en-3-in-2,5-diol.



5 Preparación de undec-8-en-2,5-diol: El undec-8-en-3-in-2,5-diol (obtenido como se ha detallado anteriormente) se hidrogenó bajo hidrógeno y paladio al 10 por ciento sobre sulfato de bario y quinolina. El proceso rápido proporcionó el producto undec-8-en-2,5-diol.



10 Preparación de 2-(hex-3-enil)-5-metil-tetrahidrofuran: El undec-8-en-2,5-diol (obtenido como se detalla arriba) se calentó a 150 °C con KHSO₄. La mezcla resultante se destiló obteniéndose el producto 2-(hex-3-enil)-5-metil tetrahidrofuran.

Síntesis de la molécula n. ° 17 de la Tabla 1:

15 El 3-sec-butil-1,5-dimetil-2-oxa-biciclo[2.2.2]octano puede prepararse mediante el proceso descrito en la patente US-4197328 por Schmitt y col.

Síntesis de la molécula n. ° 18 de la Tabla 1:

20 La 1-(6 isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanona se puede preparar mediante el proceso descrito en la solicitud de patente europea 0231556 (A1) por Van der Weerd y col.

Síntesis de la molécula n. ° 19 de la Tabla 1:

25 La 1-(6 isopropil-4-metil-ciclohex-3-enil)-etanona se puede preparar mediante el proceso descrito en la patente US- 4524020 por Spreker y col.

Síntesis de la molécula n. ° 20 de la Tabla 1:

30 El 4-(3-Metoxi-1-metil-propil)-1-metil-ciclohexeno se puede preparar mediante el proceso descrito en la solicitud de patente europea 53716 A1 por Schaper y col.

Síntesis de la molécula n. ° 21 de la Tabla 1:

35 El 3-(1,1-Dimetoxi-etil)-1,1-dimetil-ciclohexano se puede preparar mediante el proceso descrito en la US-4933320 por Spreker y col.

Síntesis de la molécula n. ° 22 de la Tabla 1:

40 El 2,4-Dimetil-2-(4-metil-pent-3-nil)-[1,3]dioxolano se puede preparar mediante el proceso descrito en *Huaxue Yanjiu Yu Yingyong*, 2003, págs. 229-230, por Peng, A., Xia, M., Jin, X.

Ejemplo 2: Producto de reacción de amina preformada

45 Se pesaron los siguientes ingredientes en un vial de vidrio:

1. 50 % del material de perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1
2. 50 % de Lupasol WF (N.° CAS 09002-98-6) de BASF, se colocó a 60 °C en un baño de agua caliente durante 1 hora antes de usarla.

50 El mezclado de los dos ingredientes se lleva a cabo mediante un equipo Ultra-Turrax T25 Basic (de IKA) durante 5 minutos. Cuando la mezcla ha finalizado, la mezcla se coloca en un baño de agua caliente a 60 °C durante ± 12 horas. Se obtuvo un material viscoso y homogéneo.

De la misma forma que se ha descrito anteriormente, se pueden utilizar diferentes relaciones entre componentes.

% en peso					
Material de perfume	40	50	60	70	80
Lupasol WF	60	50	40	30	20

5 **Ejemplo 3: Sistema de depósito PAD con 84 % en peso de núcleo / 16 % en peso de cápsula de melamina formaldehído (MF) de la pared**

10 Se disuelven y se mezclan 25 gramos de emulsionante de copolímero de acrilato de butilo-ácido acrílico (Colloid C351, 25 % de sustancias sólidas, pka 4,5-4,7, (Kemira Chemicals, Inc. Kennesaw, Georgia, EE. UU.) en 200 gramos de agua desionizada. El pH de la solución se ajusta a pH de 4,0 con solución de hidróxido sódico. Se añaden 8 gramos de resina de metilol melamina parcialmente metilada (Cymel 385, 80 % de sustancias sólidas, [Cytec Industries West Paterson, New Jersey, EE. UU.]) a la solución de emulsionante. Se añaden 200 gramos de aceite perfumado que comprende una o más PRM de la Tabla 1 a la mezcla anterior mediante agitación mecánica y se eleva la temperatura a 50 °C. Tras mezclar a alta velocidad hasta que se obtiene una emulsión estable, se añaden a la emulsión la segunda solución y 4 gramos de sal sulfato de sodio. Esta segunda solución contiene 10 gramos de emulsionante de copolímero de acrilato de butilo-ácido acrílico (Colloid C351, 25 % de sustancias sólidas, pka 4,5-4,7, Kemira), 120 gramos de agua destilada, solución de hidróxido sódico para ajustar el pH a 4,8, 25 gramos de resina de metilol melamina parcialmente metilada (Cymel 385, 80 % de sustancias sólidas, Cytec). Esta mezcla se calienta a 70 °C y se mantiene durante la noche con agitación continua para completar el proceso de encapsulación. Se añaden 23 gramos de acetacetamida (Sigma-Aldrich, Saint Louis, Missouri, EE. UU.) a la suspensión. Se obtiene un tamaño de cápsula promedio de 30 µm según se determinó mediante un aparato Model 780 Accusizer.

25 **Ejemplo 4: Proceso para fabricar un sistema de matriz de liberación asistida por polímero (PAD)**

30 Una mezcla que comprende 50 % de una composición de perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1, 40 % de Hycar ®1300X18 terminado en carboxilo (n.º CAS 0068891-50-9) de Noveon, (introducido en un baño de agua caliente a 60 °C durante 1 h antes de la mezcla) y 10 % de Lupasol® WF (n.º CAS 09002-98-6) de BASF (introducido en un baño de agua caliente a 60 °C durante 1 h antes de la mezcla). El mezclado se consigue mezclando durante cinco minutos con un equipo Ultra-Turrax T25 Basic (de IKA). Tras el mezclado, la mezcla se introduce en un baño de agua caliente a 60 °C durante ± 12 horas. Se obtiene un material viscoso, homogéneo y pegajoso.

De la misma forma que se ha descrito anteriormente, se pueden utilizar diferentes relaciones entre componentes.

% en peso					
Composición de perfume	40	50	60	70	80
Lupasol® WF	12	10	8	6	4
Hycar® CTBN1300X18	48	40	32	24	16

% en peso								
Composición de perfume	50	50	50	50	50	50	50	50
Lupasol® WF	2,5	5	7,5	10	12,5	15	17,5	20
Hycar® CTBN 1300X18	47,5	45	42,5	40	37,5	35	32,5	30

35 **Ejemplo 5: Formulación de producto**

40 Los ejemplos no limitativos de formulaciones de producto que contienen las PRM descritas en la presente memoria y aminoras se resumen en la siguiente tabla.

(% peso)	Ejemplos									
	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	XVII	XVIII	XIX	XX
FSA ^a	14	16,47	14	12	12	16,47	---	---	5	5
FSA ^b					---		3,00	---	---	---
FSA ^c					---		---	6,5	---	---
Etanol	2,18	2,57	2,18	1,95	1,95	2,57	---	---	0,81	0,81
Alcohol isopropílico	---	---	---	---	---	---	0,33	1,22	---	---
Almidón ^d	1,25	1,47	2,00	1,25	---	2,30	0,5	0,70	0,71	0,42
Amina*	0,6	0,75	0,6	0,75	0,37	0,60	0,37	0,6	0,37	0,37

Perfume X ^e	0,40	0,13	0,065	0,25	0,03	0,030	0,030	0,065	0,03	0,03
Polímero estabilizante de fase ^f	0,21	0,25	0,21	0,21	0,14	---	---	0,14	---	---
Supresor de las jabonaduras ^g	---	---	---	---	---	---	---	0,1	---	---
Cloruro de calcio	0,15	0,176	0,15	0,15	0,30	0,176	---	0,1-0,15	---	---
DTPA ^h	0,017	0,017	0,017	0,017	0,007	0,007	0,20	---	0,002	0,002
Conservante (ppm) ^{i,j}	5	5	5	5	5	5	---	250 ^j	5	5
Antiespumante ^k	0,015	0,018	0,015	0,015	0,015	0,015	---	---	0,015	0,015
Tinte (ppm)	40	40	40	40	40	40	11	30-300	30	30
Cloruro de amonio	0,100	0,118	0,100	0,100	0,115	0,115	---	---	---	---
HCl	0,012	0,014	0,012	0,012	0,028	0,028	0,016	0,025	0,011	0,011
Estructurante ^l	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Perfume puro adicional	0,8	0,7	0,9	0,5	1,2	0,5	1,1	0,6	1,0	0,9
Agua desionizada	†	†	†	†	†	†	†	†	†	†

^a Cloruro de N,N-di(seboiloxietil)-N,N-dimetilamonio.

^b Metilsulfato de metil bis(sebo amidoetil)2-hidroxietil amonio.

^c Producto de reacción de ácido graso con Metildietanolamina en una relación molar 1,5:1, cuaternizado con cloruro de metilo, que da como resultado una mezcla molar de 1:1 de N,N-bis(esteroil-oxi-etil) N,N-cloruro de dimetil amonio y N-(esteroil-oxi-etil) N,-hidroxietil N,N cloruro de dimetil amonio.

^d Almidón de maíz alto en amilosa catiónico comercializado por National Starch bajo el nombre comercial CATO®.

^e Perfume que comprende uno o más PRM de la Tabla 1, PRM n.º 1, 4, 14 y 18 según la invención, otros PRMs no según la invención.

^f Copolímero de óxido de etileno y tereftalato que tiene la fórmula descrita en US-5.574.179, en la columna 15, líneas 1-5, en donde cada X es metilo, cada n es 40, u es 4, cada R1 es, esencialmente, restos 1,4-fenileno, cada R2 es, esencialmente, etileno, restos 1,2-propileno, o mezclas de los mismos.

^g SE39 de Wacker

^h Ácido dietilentriaminopentaacético.

ⁱ KATHON® CG comercializado por Rohm & Haas Co. "PPM" es "partes por millón".

^j 15 Gluteraldehído

^k Agente antiespumante de silicona comercializado por Dow Corning Corp. con el nombre comercial DC2310.

^l Uretano etoxilado modificado hidrofóbicamente comercializado por Rohm & Haas bajo el nombre comercial Aculan 44.

^{*} Uno o más materiales que comprenden un resto amina según se describe en la presente memoria descriptiva.

[†] 20 resto

Ejemplo 6: Formulaciones secas para lavado de ropa

Componente	% p/p de composición detergente granulada para lavado de ropa						
	A	B	C	D	E	F	G
Abrillantador	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
Jabón	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Ácido etilendiamina disuccínico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Copolímero de acrilato/maleato	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Ácido hidroxietano di(metilenfosfónico)	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Monoalquilo C ₁₂₋₁₄ , dimetilo, cloruro de monohidroxietilamonio cuaternario	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Alquilbenceno lineal	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1
Alquilbencenosulfonato lineal	10,3	10,1	19,9	14,7	10,3	17	10,5
Sulfato de magnesio	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Carbonato sódico	19,5	19,2	10,1	18,5	29,9	10,1	16,8
Sulfato de sodio	29,6	29,8	38,8	15,1	24,4	19,7	19,1

Cloruro de sodio	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Zeolita	9,6	9,4	8,1	18	10	13,2	17,3
Partícula fotoblanqueante	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
Espéculos azules y rojos de carbonato	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Alcohol etoxilado AE7	1	1	1	1	1	1	1
Aglomerado de tetraacetilendiamina (92 % en peso de sustancia activa)	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Ácido cítrico	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Aglomerados PDMS/arcilla (9,5 % de % en peso de sustancia activa de PDMS)	10,5	10,3	5	15	5,1	7,3	10,2
Óxido de polietileno	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Enzimas, por ejemplo, proteasa (84 mg/g de sustancia activa), amilasa (22 mg/g de sustancia activa)	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2
Aglomerado supresor de las jabonaduras (12,4 % en peso de sustancia activa)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Percarbonato de sodio (que tiene de 12 % a 15 % de AvOx activo)	7,2	7,1	4,9	5,4	6,9	19,3	13,1
Perfume puro adicional**	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Amina*	0,1	0,5	0,0	0,01	0,02	0,00	0,07
Sistema de suministro de perfume tal como se describe en la presente memoria descriptiva incluidos los Ejemplos 2-4	0,05	0,0	0,1	0,0	0,2	0,4	0,0
Perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1	0,3	0,4	0,01	0,02	0,04	0,1	0,1
Agua	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Varios	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Partes totales	100	100	100	100	100	100	100

* Uno o más materiales que comprenden un resto amina según se describe en la presente memoria descriptiva.

** Ingredientes opcionales

Ejemplo 7: Formulaciones líquidas para lavado de ropa (HDL)

5

Ingrediente	HDL 1	HDL 2	HDL3	HDL4	HDL 5	HDL 6
Alquil éter sulfato	0,00	0,50	12,0	12,0	6,0	7,0
Ácido dodecibenceno sulfónico	8,0	8,0	1,0	1,0	2,0	3,0
Alcohol etoxilado	8,0	6,0	5,0	7,0	5,0	3,0
Ácido cítrico	5,0	3,0	3,0	5,0	2,0	3,0
Ácido graso	3,0	5,0	5,0	3,0	6,0	5,0
Etoxisulfato hexametildiamina diamina cuaternizado	1,9	1,2	1,5	2,0	1,0	1,0
Ácido dietiltri Aminapentametilenfosfónico	0,3	0,2	0,2	0,3	0,1	0,2
Enzimas	1,20	0,80	0	1,2	0	0,8
Abrillantador (FWA basado en estilbena disulfonado diaminado)	0,14	0,09	0	0,14	0,01	0,09
Hidroxietilcelulosa catiónica	0	0	0,10	0	0,200	0,30
Poli(cloruro de acrilamida-co-dialildimetilamonio)	0	0	0	0,50	0,10	0
Aceite de ricino hidrogenado estructurante	0,50	0,44	0,2	0,2	0,3	0,3
Ácido bórico	2,4	1,5	1,0	2,4	1,0	1,5
Etanol	0,50	1,0	2,0	2,0	1,0	1,0
1,2-propanodiol	2,0	3,0	1,0	1,0	0,01	0,01
Glutaraldehído	0	0	19 ppm	0	13 ppm	0
Dietilenglicol (DEG)	1,6	0	0	0	0	0
2,3 Metil 1,3-propanodiol (M pdiol)	1,0	1,0	0	0	0	0
Monoetanolamina	1,0	0,5	0	0	0	0
NaOH suficiente para proporcionar a la formulación un pH de:	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8	pH 8
Cumensulfonato sódico (NaCS)	2,00	0	0	0	0	0

Emulsión de silicona (PDMS)	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003
Perfume puro adicional**	0,7	0,5	0,8	0,8	0,6	0,6
Amina*	0,01	0,10	0,0	0,10	0,20	0,05
Perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1	0,02	0,15	0,0	0,2	0,3	0,1
Sistema de suministro de perfume tal como se describe en la presente memoria descriptiva incluidos los Ejemplos 2-4	0,2	0,02	0,4	0,0	0,0	0,0
Agua	Resto	Resto	Resto	Resto	Resto	Resto

* Uno o más materiales que comprenden un resto amina según se describe en la presente memoria descriptiva.

** Ingredientes opcionales

Ejemplo 8: Formulaciones de champú

5

Ingrediente	
Laureth sulfato de amonio (AE ₃ S)	6,00
Laurilsulfato amónico (ALS)	10,00
Alcohol laureth-4	0,90
Trihidroxiestearina ⁽⁷⁾	0,10
Perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1	0,60
Cloruro de sodio	0,40
Ácido cítrico	0,04
Citrato sódico	0,40
Benzoato sódico	0,25
Ácido etilendiamino-tetraacético	0,10
Dimeticona ^(9, 10, 11)	1,00 ⁽⁹⁾
Agua y componentes minoritarios (QS a 100 %)	Resto

Ejemplo 9: Las formulaciones de fragancia fina

Ingrediente	1	2	3
Oligosacáridos cíclicos	0	5	10
Etanol	90	75	80
Perfume que comprende una o más PRM de la Tabla 1	10	20	10

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un producto de consumo que comprende, basado en el peso total del producto de consumo, de 0,0001 % a 25 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona; y un ingrediente adyuvante.
- 10 2. Un producto de consumo según la reivindicación 1, siendo dicho producto de consumo una composición limpiadora y/o de tratamiento.
- 15 3. Un producto de consumo según la reivindicación 1, siendo dicho producto de consumo una composición limpiadora y/o de tratamiento de telas y/o de superficies duras.
- 20 4. Un producto de consumo según la reivindicación 1, siendo dicho producto de consumo un detergente.
- 25 5. Un sistema de suministro de perfume que comprende de 0,001 % a 50 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona; en donde dicho sistema de suministro de perfume se selecciona de un sistema de suministro asistido por polímeros; un sistema de suministro asistido por moléculas; un sistema de suministro asistido por fibras; un sistema de suministro asistido por aminas; un sistema de suministro de ciclodextrina; un acorde encapsulado en almidón; un sistema de suministro de vehículo inorgánico; o un pro-perfume.
- 30 6. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 5, siendo dicho sistema de suministro de perfume una nanocápsula o una microcápsula que comprende, basado en el peso total de la nanocápsula o microcápsula, de 0,1 % a 99 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona.
- 35 7. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 6, siendo dicho sistema de suministro de perfume un acorde encapsulado en almidón.
- 40 8. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 5, siendo dicho sistema de suministro de perfume un sistema de suministro de ciclodextrina que comprende, basado en el peso total del sistema de suministro de ciclodextrina, de 0,1 % a 99 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona.
- 45 9. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 5, siendo dicho sistema de suministro de perfume un sistema de matriz de suministro asistido por polímero que comprende, basado en el peso total del sistema de matriz de suministro asistido por polímero, de 0,1 % a 99 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona.
- 50 10. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 5, siendo dicho sistema de suministro de perfume un sistema de suministro asistido por amina, comprendiendo dicho sistema de suministro asistido por amina, basado en el peso total del sistema de suministro asistido por amina, de 1 % a 99 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona.
- 55 11. Un sistema de suministro de perfume según la reivindicación 5, siendo dicho sistema de suministro de perfume un producto pro-perfume de reacción de amina, comprendiendo dicho producto pro-perfume de reacción de amina, basado en el peso total del producto pro-perfume de reacción de amina, de 0,1 % a 99 % de una o más materias primas de perfume seleccionadas de 4-(2,4-dimetil-ciclohex-3-eniliden)-butan-2-ona; 2-(3-metil-butil)-3-vinil-ciclopentanona; 1-(2,4,6-trimetil-ciclohex-3-enil)-propan-1-ona; y 1-(6-isopropil-2-metil-ciclohex-3-enil)-etanonona.