



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 325 889**

51 Int. Cl.:

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 1/00 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06818424 .1**

96 Fecha de presentación : **06.11.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1954793**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.08.2008**

54

Título: **Composición de lavandería.**

30

Prioridad: **02.12.2005 GB 0524665**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.09.2009

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.09.2009

73

Titular/es: **Unilever N.V.**
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72

Inventor/es: **Ferguson, Paul y**
Hunter, Robert, Alan

74

Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 325 889 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

Composición de lavandería.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a partículas de polímero que comprenden un perfume y un adyuvante de depósito no iónico y sus usos, como el suministro del perfume a una tela durante un proceso de lavandería. Las composiciones de tratamiento de lavandería que contienen partículas de acuerdo con la invención proporcionan ventajas de eficacia de depósito durante el lavado.

Antecedentes de la invención

15 El depósito de un perfume sobre un sustrato, como una tela, es un método bien conocido para conferir propiedades de perfume al sustrato. En aplicaciones de lavandería se usa el depósito de un perfume, por ejemplo, durante procesos de tratamiento de telas como el acondicionamiento de telas. Los métodos de depósito son diversos e incluyen el depósito durante las fases de lavado o aclarado del proceso de lavandería o el depósito directo antes o después del lavado, como por pulverización o frotamiento o mediante el uso de láminas impregnadas durante el secado en tambor o aditivos en agua durante el planchado a vapor.

20 El perfume es incorporado a menudo en un sistema portador o de suministro. Los sistemas portadores para perfumes están basados normalmente en la encapsulación o tratamiento en una matriz. El perfume puede ser simplemente emulsionado, pero existen problemas con la escasa retención o estabilidad y el depósito sobre un sustrato, como una tela, es a menudo ineficaz. La difusión del perfume en un portador adolece de una preparación compleja que incluye tiempo de difusión, escasa retención del perfume en la matriz y posterior depósito escaso del sustrato son también problemas comunes.

30 Después de un depósito en una superficie, existe un problema en cuanto que la duración de la adherencia a esa superficie del perfume, en un entorno que contiene tensioactivos, es inherentemente escasa porque los tensioactivos son característicamente muy eficaces para combinarse con perfumes. Esto da lugar a que un perfume que ha sido depositado en una tela que está siendo lavada durante un lavado principal, o un perfume que está siendo lixiviado de su portador en el líquido de lavado, resulte así que no está disponible para un depósito en la tela. Por lo tanto, la protección del perfume es necesaria antes y después de que se haya depositado sobre una superficie. En el contexto de productos de lavandería, la necesidad de una protección de tensioactivos de perfumes favorece la necesidad de nuevos sistemas de protección. Mediante "ventaja de protección", como se usa en la presente memoria descriptiva, se quiere indicar la protección del perfume de la acción de los tensioactivos durante un proceso de lavado, por ejemplo, como se sugirió anteriormente. Por tanto, la protección de perfumes en una formulación en un entorno acuoso y la duración del perfume depositado en la tela con ambos objetivos deseables.

40 La protección de la acción de tensioactivos y la duración del depósito en un sustrato son necesidades particulares para perfumes, ya que la naturaleza volátil y el bajo peso molecular de los componentes del perfume los hacen susceptibles de difundirse fuera de los sistemas portadores durante el proceso de lavandería y que evaporen rápidamente de los sustratos después del depósito.

Técnica anterior

50 La solicitud del mismo solicitante, WO 2005/121184, se dirige a un proceso que usa una polimerización en miniemulsión para la preparación de partículas de conjugado de polisacárido/polímero que contienen un lubricante. Se describen también ciertas partículas producidas mediante el proceso y sus usos. Las partículas facilitan el depósito del lubricante en la tela durante la parte del lavado principal de un proceso de lavandería.

55 Las solicitudes de patentes en trámite del mismo solicitante, GB 0513803.7 (EP 1741775 A) Y GB 051805.2 (GB 2428043 A), ambas sin publicar en la fecha de presentación de esta solicitud, se dirigen a partículas de polímeros en miniemulsión (con y sin una corteza, respectivamente) que comprenden un agente ventajoso, preferentemente un poliéster de azúcar, que puede ser suministrado a la tela durante el proceso de lavandería. Estas partículas proporcionan una adherencia de larga duración del agente ventajoso a la tela durante un proceso de lavandería. Una técnica anterior relevante adicional incluye los documentos EP 0930334 y WO 01/04257.

60 Se ha encontrado ahora sorprendentemente que un perfume puede ser eficazmente depositado en una tela si se emplea un sistema portador basado en una partícula coloidal que comprenda un polímero, un perfume y un adyuvante de depósito no iónico, como goma de algarrobo. El perfume no es posteriormente absorbido/adsorbido en la partícula, sino que en lugar de ello es incorporado en la partícula cuando se forma la partícula. El sistema portador proporciona adicionalmente protección y larga duración de la adherencia al perfume.

Definición de la invención

Un primer aspecto de la invención proporciona una partícula de polímero que comprende un perfume y un polímero que comprende unidades monómeras que son derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en:

- a) monómeros con una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/l, y/o
- b) monómeros con una solubilidad en agua de 0,1 a 30 g/l, y
- c) opcionalmente, monómeros con una solubilidad en agua de más de 30 g/l, y/o
- d) opcionalmente, reticulantes;

en donde la partícula comprende adicionalmente una corteza, en donde la corteza comprende unidades monómeras seleccionadas entre los apartados b) y opcionalmente c) y/o opcionalmente d), y

en donde la partícula comprende adicionalmente un adyuvante de depósito no iónico.

Un segundo aspecto de la invención proporciona un proceso para la preparación de las partículas de acuerdo con el primer aspecto, que comprende la polimerización en miniemulsión de monómeros.

Un tercer aspecto de la invención proporciona una composición de tratamiento de lavandería que comprende las partículas del primer aspecto. Se proporciona también el uso de esta composición de tratamiento de lavandería para proporcionar una ventaja de depósito de perfume a una tela.

En un cuarto aspecto, la invención proporciona el uso de una partícula del primer aspecto para proporcionar una ventaja de depósito de perfume durante un proceso de lavandería.

En un aspecto adicional, la invención proporciona el uso de una partícula del primer aspecto en la elaboración de una composición de tratamiento de lavandería para proporcionar una ventaja de depósito de perfume durante el proceso de lavandería.

Todavía, en un aspecto adicional, la invención proporciona un medio acuoso de lavado que comprende de 0,05 a 1 gramo por litro de una partícula de acuerdo con el primer aspecto de la invención.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se dirige a partículas de polímero que comprenden un núcleo, en las que el núcleo comprende perfume y un polímero que comprende unidades monómeras; las partículas comprenden adicionalmente un adyuvante de depósito no iónico. Las partículas de polímero de la invención habitualmente son aproximadamente esféricas y de dimensiones coloidales típicas. Los diámetros de las partículas pueden variar en el intervalo de aproximadamente 30 a 50 nm (The Encyclopaedia of Polymer Science and Engineering, segunda edición, volumen 8, página 647, John Wiley and Sons Inc. (1987)).

Cuando las partículas de la invención se describe en la presente memoria descriptiva que son partículas de látex, el término "látex" o la expresión "partícula de látex" se definen como una dispersión coloidal estable de una sustancia polímera en un medio acuoso.

Las partículas de polímero de la invención pueden comprender una amplia gama de unidades monómeras. Mediante "unidades monómeras", como se usa en la presente memoria descriptiva, se indica que las unidades monómeras de la cadena polímera y, por tanto, las referencias a "una partícula de polímero que comprende unidades monómeras insolubles", como se usa en la presente memoria descriptiva, significa que las partículas de polímero son derivadas de monómeros insolubles, etcétera.

Las unidades monómeras son derivadas de monómeros que son adecuados para una polimerización por radicales libres. Por lo tanto, preferentemente, el monómero contiene al menos un grupo con insaturación etilénica capaz de experimentar una polimerización por adición.

Los monómeros pueden ser seleccionados de acuerdo con sus solubilidades, de tal forma que el polímero comprenda unidades monómeras que sean derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en:

- a) monómeros con una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/l, y/o
- b) monómeros con una solubilidad en agua de 0,1 a 30 g/l, y
- c) opcionalmente, monómeros con una solubilidad en agua de mas de 30 g/l, y/o
- d) opcionalmente, reticulantes.

ES 2 325 889 T3

Mediante “insoluble”, como se usa en la presente memoria descriptiva en referencia a los monómeros, se indica que el material es insoluble en agua (destilada o equivalente) a una concentración de menos de 0,1 g/litro, a 25°C, es decir, monómeros del tipo (a) anterior.

5 Mediante “baja solubilidad”, como se usa en la presente memoria descriptiva en referencia a los monómeros, se indica que el material es soluble en agua (destilada o equivalente) a una concentración en el intervalo de 0,1 a 30 g/litro, a 25°C, es decir, monómeros del tipo (b) anterior.

10 Mediante “solubilidad elevada”, como se usa en la presente memoria descriptiva en referencia a los monómeros, se indica que el material es soluble en agua (destilada o equivalente) a una concentración de más de 30 g/litro, a 25°C, es decir, monómeros del tipo (c) anterior.

15 La partícula de la invención comprende adicionalmente una corteza, que comprende unidades monómeras seleccionadas entre el apartado (b) y opcionalmente (c) y/o opcionalmente (d).

Monómeros

20 El polímero comprende unidades monómeras que son derivadas de monómeros que son capaces de experimentar polimerización por radicales libres. Las clases adecuadas de estos monómeros se proporcionan en el grupo que consiste en olefinas, etileno, monómeros vinil-aromáticos, ésteres de alcohol vinílico con ácidos mono- y di-carboxílicos, ésteres de ácidos mono- y di-carboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica y alcoholes, nitrilos de ácidos carboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica, dienos conjugados, ácidos monocarboxílicos y dicarboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica y sus amidas, ácido metacrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, ácido acrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, maleato de dimetilo o di-n-butilo y sus mezclas. La partícula de polímero puede comprender mezclas de unidades monómeras.

30 La partícula de polímero puede comprender opcionalmente monómeros que sean reticulantes. Estos reticulantes pueden tener al menos dos enlaces dobles no conjugados con insaturación etilénica. Ejemplos son diacrilatos y dimetacrilatos de alquilenglicol. Un tipo adicional de monómeros reticulantes adecuados son los que están conjugados, como divinil-benceno. Si están presentes, estos monómeros constituyen de 0,1 a 10% en peso, basado en la cantidad total de monómeros que van a ser polimerizados.

35 Los monómeros a), b), c) d), como se definieron anteriormente, se seleccionan preferentemente entre los siguientes:

a) octoato de vinilo; decanoato de vinilo; laurato de vinilo; estearato de vinilo; ésteres de ácido acrílico, metacrílico, maleico, fumárico o itacónico con alcohol decílico, dodecílico, tetradecílico, hexadecílico o octadecílico,

40 b) estireno; α -metilestireno; o-cloroestireno; acetato de vinilo; propionato de vinilo; n-butirato de vinilo; ésteres de ácido acrílico, metacrílico, maleico, fumárico o itacónico con alcohol metílico, etílico, n-butílico, isobutílico, n-hexílico y 2-etilhexílico; 1,3-butadieno; 2,3-dimetil-butadieno e isopreno;

45 c) ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, poli(óxido de alquileno), monoacrilatos y monometacrilatos, N-vinil-pirrolidona, ácido metacrílico y acrílico, acrilatos y metacrilatos de 2-hidroxi-etilo, acrilatos y metacrilatos de glicerol, poli(acrilatos y metacrilatos de etilenglicol), n-vinil-pirrolidona, acrilato de morfolina, vinil-formamida, n-vinil-acetamida y vinil-caprolactona, acrilonitrilo (71 g/l), acrilamida y metacrilamida a niveles de menos de 10% en peso del contenido de unidades monómeras de la partícula; metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de di-(dietilamino)etilo, metacrilato de 2-(terc-butilamino)etilo, metacrilato de 2-aminoetilo, metacrilato de 2-(2-oxo-1-imidazolidinil)etilo, vinil-piridina, vinil-carbazol, vinil-imidazol, vinil-anilina y sus formas catiónicas después de un tratamiento con haluros de alquilo;

50 d) viniltoluenos, divinil-benceno, diacrilato de etilenglicol, diacrilato de 1,2-propilenglicol, diacrilato de 1,3-propilenglicol, diacrilato de 1,3-butilenglicol, diacrilatos de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,2-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, divinilbenceno, metacrilato de vinilo, acrilato de vinilo, metacrilato de alilo, acrilato de alilo, maleato de dialilo, fumarato de dialilo, dimetilenobisacrilamida, acrilato de ciclopentadienilo y cianurato de trialilo.

60 La partícula de polímero puede comprender unidades monómeras, que son derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en acrilato de butilo, metacrilato de butilo, acrilato de hexilo, metacrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de octadecilo, metacrilato de octadecilo, estireno, acetato de vinilo y divinil-benceno o sus mezclas.

65 Las partículas de la invención pueden comprender opcionalmente unidades monómeras que son derivadas de monómeros con una solubilidad de más de aproximadamente 30 g/litro, preferentemente más de 35 g/litro, por ejemplo, 40 a 45 g/litro en agua (destilada o equivalente) a 25°C. Estos monómeros pueden ser utilizados en una mezcla de monómeros a niveles hasta 10% basados en el peso de los monómeros usados.

ES 2 325 889 T3

La superficie de la partícula (con la corteza) puede comprender restos hidrófilos o hidrófobos, cuya naturaleza está determinada por la elección del monómero usado para producir la partícula. No se realiza ninguna modificación o funcionalización química de estos restos en la superficie del núcleo de la partícula con el fin de alterar su naturaleza hidrófoba o hidrófila después de que haya producido la polimerización.

5

El adyuvante de depósito

La partícula de polímero de la invención comprende un adyuvante de depósito, que es no iónico.

10

Preferentemente, el adyuvante de depósito es un polisacárido. El polisacárido tiene preferentemente una cadena principal unida en β -1,4.

15

Preferentemente, el polisacárido es una celulosa, un derivado de celulosa u otro polisacárido unido en β -1,4 que tiene una afinidad por celulosa, como polimanano, poliglucano, poliglucomanano, polixiloglucano y poligalactomanano o una mezcla de los mismos. Más preferentemente, el polisacárido se selecciona entre el grupo que consiste en polixiloglucano y poligalactomanano. Por ejemplo, los polisacáridos preferidos son goma de algarrobo, xiloglucano de tamarindo, goma guar o sus mezclas. Lo más preferentemente, el adyuvante de depósito es goma de algarrobo.

20

El polisacárido actúa como un agente adyuvante del suministro/depósito para la partícula.

25

Preferentemente, la cadena principal del polisacárido tiene solamente enlaces β -1,4. Opcionalmente, el polisacárido tiene enlaces además de los enlaces β -1,4, como enlaces β -1,3. Por tanto, opcionalmente, están presentes algunos otros enlaces. Las cadenas principales de polisacáridos que incluyen algún material que no es un anillo de sacárido están también dentro del ámbito de la presente invención (como terminación o en la cadena de polisacárido).

30

El polisacárido puede ser lineal o ramificado. Muchos polisacáridos que se producen de forma natural tienen al menos algún grado de ramificación, o en alguna medida al menos algunos anillos de sacáridos están en la forma de grupos laterales colgantes (que por lo tanto no cuentan por sí mismos en la determinación del grado de sustitución) en la cadena principal del polisacárido.

35

Preferentemente, el polisacárido está presente a niveles entre 0,1 y 10% p/p por peso de la cantidad total de la partícula.

40

El adyuvante de depósito, que es preferentemente un polisacárido, está unido a la partícula de polímero (con o sin corteza). La unión puede ser por medio de un enlace covalente, entrecruzamiento o adsorción fuerte, preferentemente mediante un enlace covalente o entrecruzamiento y lo más preferentemente por medio de un enlace covalente. Mediante “entrecruzamiento”, como se usa en la presente memoria descriptiva, se quiere indicar que el adyuvante de depósito es adsorbido en la partícula cuando tiene lugar la polimerización y la partícula crece de tamaño, y parte del polisacárido adsorbido queda alojado en el interior de la partícula. Por tanto, al final de la polimerización, parte del polisacárido es atrapado y unido en la matriz polímera de la partícula, mientras que el resto está libre para extenderse en la fase acuosa.

45

Mediante “adsorción fuerte”, como se usa en la presente memoria descriptiva, se quiere indicar una adsorción fuerte del polisacárido a la superficie de la partícula; esta adsorción puede ser debida, por ejemplo, a un enlace de hidrógeno, atracción de Van Der Waals o electrostática entre las cadenas de polisacárido y la partícula.

50

Por tanto, el adyuvante de depósito está unido principalmente a la superficie de la partícula y no está, en una medida significativa, unido a través del volumen interno de la partícula. Esto es distinto de los copolímeros injertados en los que, por ejemplo, un polisacárido puede estar injertado a lo largo de la longitud de una cadena de polímero. Una partícula que está formada a partir de un copolímero injertado, por tanto, contiene polisacárido a través del volumen interno de la partícula así como en la superficie de la partícula, y la presente invención no está previsto que abarque esta partícula. Por tanto, la partícula que es producida cuando se usa un polisacárido como el adyuvante de depósito de acuerdo con el proceso de la invención puede ser considerada como una “partícula vellosa”, que es diferente de un copolímero injertado. Esta característica de la invención proporciona oportunidades significativas de reducción de costes para el fabricante, ya que se necesita menos polisacárido para conseguir el mismo nivel de actividad que el de sistemas que utilizan copolímeros de polisacáridos.

60

Otros tipos de morfología de superficie de partículas pueden ser producidos cuando un adyuvante de depósito está unido a la partícula de la invención. Por ejemplo, cuando un polisacárido se une a la superficie de la partícula en múltiples lugares pueden tener lugar bucles, o el adyuvante de depósito puede estar en la forma de una capa de polímero catiónico hinchado en la superficie de las partículas.

La corteza

Las partículas de la invención comprenden una corteza que está situada entre el núcleo y el adyuvante de depósito. Por tanto, la partícula tiene una morfología de núcleo-corteza. Como el núcleo, la corteza comprende unidades monó-

ES 2 325 889 T3

meras que son derivadas de monómeros que son capaces de experimentar una polimerización por radicales libres. La corteza comprende unidades monómeras seleccionadas entre el apartado b), y opcionalmente c) y/o opcionalmente d), como se describió anteriormente. Las unidades monómeras del núcleo pueden ser iguales o diferentes de las unidades monómeras de la corteza, y tanto el núcleo como la corteza pueden comprender mezclas de unidades monómeras.
5 Como el núcleo, la corteza puede comprender opcionalmente monómeros que son reticulantes, como se describió anteriormente. La corteza abarca preferentemente 50 a 100% del área superficial del núcleo, lo más preferentemente 95 a 100%.

La relación de núcleo a corteza en peso puede ser de 1:1 a 100:1, preferentemente 2:1 a 20:1.

10 El polímero y el perfume deben ser compatibles, es decir, no se debe producir una separación de fases cuando se lleva a cabo la polimerización del monómero (que está mezclado con el perfume) durante el proceso de la invención. El experto en la técnica será capaz de determinar que son compatibles realizando ensayos sencillos, por ejemplo, un ensayo sencillo sería llevar a cabo la polimerización para formar un látex, dejar que la muestra del látex recientemente
15 formado se seque en la película fina y observar una evidencia visual de la separación de fases: si la película es transparente, son compatibles, si es opaca, son incompatibles. Cuando existe una incompatibilidad, la dilución de un polímero incompatible con uno compatible puede mejorar su compatibilidad.

20 *Perfumes*

La partícula de polímero de la invención comprende un perfume. El perfume está presente en una cantidad de 1 a 505 en peso total de la partícula, preferentemente de 10 a 50% en peso total de la partícula.

25 El perfume tiene adecuadamente un peso molecular de 50 a 500.

El perfume tiene adecuadamente un punto de ebullición de 30 a 500 grados centígrados.

30 El perfume no es posteriormente absorbido/adsorbido en la partícula, sino que en lugar de ello es incorporado en la partícula cuando se forma la partícula.

La partícula de polímero

35 La partícula de polímero puede ser usada en el tratamiento de telas. El tratamiento proporciona ventajas de perfume.

Alternativamente, la partícula de polímero puede ser incorporada en una composición de tratamiento de lavandería y usada en el tratamiento de telas.

40 La partícula puede ser usada en la elaboración de una composición de tratamiento de lavandería para proporcionar una ventaja de perfume durante un proceso de lavandería.

Procesos para la preparación

45 Puede ser empleado cualquier proceso adecuado para la preparación de las partículas de la invención. Un proceso adecuado para la preparación de la partícula de polímero de la invención es uno que comprenda miniemulsión.

50 Los procesos preferidos son los denominados de vías “híbridas” o “artificiales” como se detalla en “Miniemulsion Polymerisation” de F. Joseph Schork, Yingwu Luo, Wilfried Smuldes, James P. Russian, Alessandro Butte y Kevin Fontenot, Adv. Polymer Sci (2005) 175: 129-255, y en “Emulsion Polymerisation and Emulsion Polymers”, Wiley, 1ª Ed., 1997, Ed Peter Lovell y Mohamed S El-Aasser pág. 712, respectivamente.

55 La polimerización en miniemulsión es bien conocida en la técnica y la expresión “polimerización en miniemulsión, como se usa en la presente memoria descriptiva, significa lo mismo que la expresión conocida en la técnica. Han sido publicados numerosas revisiones científicas de técnicas de miniemulsión:

1) El **Aasser**, M.S., **Miller**, C.M., “Preparation of latexes using miniemulsions”, en: Asua, J.M., editor. Polymeric dispersions. Principles and applications. Dordrecht: Kluwer, pág. 109-126 (1997).

60 2) **Sudol**, E.D., El **Aasser**, M.S., “Miniemulsion polymerisation”, en: Lovell, P.A., El Aasser, M.S., editores. Emulsion polymerisation and emulsion polymers. Chichester: Wiley, pág. 699-722 (1997).

65 3) **Asua**, J.M., *Prog. Polym. Sci.*, 27, 1283-1346 (2002).

Las miniemulsiones se sitúan generalmente entre las macroemulsiones y las microemulsiones en términos de tamaño de gotitas y estabilidad de la emulsión. Las gotitas de la miniemulsión varían normalmente en un intervalo de tamaños de 50 a 500 nm.

ES 2 325 889 T3

El proceso “híbrido” preferido comprende las etapas de:

- (a) preparación de una miniemulsión (que comprende monómeros, un perfume y un co-tensioactivo), y
- 5 (b) polimerización de la miniemulsión de la etapa (a) para formar partículas del núcleo de la miniemulsión, y unión de un adyuvante de depósito alrededor de las partículas del núcleo.

Una partícula de núcleo-corteza puede ser preparada usando el proceso híbrido siguiente:

- 10 (a) preparación de una miniemulsión (que comprende monómeros, un perfume y un co-tensioactivo), y
- (b) polimerización de la miniemulsión de la etapa (a) para formar partículas del núcleo de la miniemulsión, y
- 15 (c) adición de monómeros de la corteza e iniciador de forma que se produzca la polimerización para formar una corteza alrededor de las partículas del núcleo de la etapa (b) y unión de un adyuvante de depósito alrededor de las partículas.

20 La etapa (a) puede consistir en las siguientes sub-etapas:

- (i) mezclar monómeros y perfume con un co-tensioactivo para formar una mezcla (y),
- (ii) disolver al menos un tensioactivo en agua para formar una solución (z),
- 25 (iii) combinar (y) y (z) y someterlas a un cizallamiento elevado para formar una miniemulsión.

La etapa (iii) puede consistir en las siguientes subetapas:

- 30 (1) se combinan (y) y (z) y se someten a cizallamiento elevado para formar una emulsión,
- (2) la emulsión de la etapa (1) es seguidamente sometida a un cizallamiento adicional (tal como un homogeneizador por ultrasonidos u otro adecuado a presión elevada tal como un Microfluidiser o un homogeneizador Manton Gaulin)
- 35 para formar una miniemulsión.

Mediante “mezclado” se quiere indicar mezclado o disuelto, dependiendo del estado físico del perfume.

- 40 Preferentemente, es añadido un iniciador a la miniemulsión de la etapa (iii) o etapa (2) de forma que tenga lugar la polimerización de los monómeros. Alternativamente, el iniciador puede ser añadido durante la etapa (a), por ejemplo, si se usa un iniciador que es soluble en el monómero, o en la etapa (b), por ejemplo, si el iniciador es soluble en agua.

- 45 Alternativamente, el tensioactivo de la etapa (ii) puede ser un tensioactivo reactivo, mediante lo cual se quiere indicar que comprende grupos que pueden participar en la polimerización y un grupo hidrófilo. En este caso, se combinará con el monómero en la etapa (i).

El proceso “artificial” preferido comprende las etapas de:

- 50 (a) preparación de una miniemulsión (que comprende un polímero, un perfume, un co-tensioactivo y un disolvente volátil insoluble en agua),
- (b) separación del disolvente volátil, y
- 55 (c) adición de monómeros de la corteza y posterior polimerización para formar una corteza alrededor de las partículas del núcleo de la etapa (b), en la que la unión de un adyuvante de depósito a las partículas se produce en la etapa (c).

60 La etapa (a) puede consistir en las siguientes subetapas:

- (i) disolver polímero y un perfume con un co-tensioactivo en un disolvente volátil insoluble en agua para formar una solución de mezcla (m),
- 65 (ii) disolver al menos un tensioactivo en agua para formar una mezcla (n), y
- (iii) combinar (m) y (n) y someterlos a cizallamiento elevado para formar una miniemulsión.

ES 2 325 889 T3

Un disolvente adecuado es diclorometano (DCM).

Las partículas de polímero resultantes tienen preferentemente un tamaño de partículas de menos de 1 micrómetro, más preferentemente de menos de 500 nm.

El cizallamiento elevado como es usado en la presente memoria descriptiva es aplicado usando cualquier aparato adecuado como un sonicador de ultrasonidos, un microfluidizador o un homogeneizador. El cizallamiento elevado como se usa en la etapa (iv) anterior es definido como un cizallamiento de intensidad suficientemente elevada para que la emulsión de la etapa (iii) anterior reduzca su tamaño de partículas hasta dimensiones sub-micrónicas, preferentemente por debajo de 50 nm. Adecuadamente, la emulsión de la etapa (iv) se forma usando un homogeneizador de cizallamiento elevado de 10.000 a 24.000 rpm durante aproximadamente 30 segundos a 5 minutos y seguidamente es solidificada usando un sonicador de ultrasonidos de sonda (a una producción de potencia máxima) durante 10 minutos para generar la miniemulsión. Un homogeneizador adecuado es un homogeneizador Manton Gaulin o cualquier otro homogeneizador que produzca un cizallamiento elevado como un Ultra Turrax.

Co-tensioactivos, iniciadores y agentes de transferencia de cadenas

El monómero (proceso híbrido) o la solución de polímero (proceso artificial) son mezclados con un co-tensioactivo. Los co-tensioactivos adecuados para ser usados en la presente invención incluyen hexadecano, alcohol cetílico, peróxido de lauroilo, n-dodecil-mercaptano, metacrilato de dodecilo, metacrilato de estearilo, poliestireno y poli(metacrilato de metilo). El co-tensioactivo preferido comprende hexadecano.

Pueden estar presentes también iniciadores y agentes de transferencia de cadenas. Los expertos en la técnica reconocerán que en general será necesario un iniciador químico, pero hay casos en los que serán posibles formas alternativas de iniciación, por ejemplo iniciación ultrasónica o iniciación por irradiación.

El iniciador es preferentemente un producto o productos químicos capaces de formar radicales libres. Normalmente, los radicales libres se pueden formar mediante escisión homolítica (es decir, homólisis) de un enlace sencillo o mediante transferencia de electrones únicos hasta o desde un ion o molécula (por ejemplo, reacciones redox).

Adecuadamente, en el contexto de la invención, la homólisis se puede conseguir mediante la aplicación de calor (normalmente en el intervalo de 50 a 100°C). Algunos ejemplos de iniciadores adecuados de esta clase son los que poseen grupos peróxido (-O-O-) o azo (-N=N-), como peróxido de benzoilo, peróxido de t-butilo, peróxido de hidrógeno, azobisisobutironitrilo y persulfato de amonio. La homólisis se puede conseguir también mediante la acción de radiación (habitualmente ultravioleta), en cuyo caso se denomina fotólisis. Ejemplos son la disociación de 2,2'-azobis(2-cianopropano) y la formación de radicales libres a partir de benzofenona y benzoína.

Las reacciones redox se pueden usar también para generar radicales libres. En este caso un agente oxidante es emparejado con un agente reductor que seguidamente experimenta una reacción redox. Algunos ejemplos de pares apropiados en el contexto de la invención son persulfato de amonio/metabisulfito de sodio, hidroperóxido de cumilo/ión ferroso y peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico.

Los iniciadores preferidos se seleccionan entre los siguientes:

Homolíticos: peróxido de benzoilo, peróxido de t-butilo, peróxido de hidrógeno, azobisisobutironitrilo, persulfato de amonio, 2,2'-azobis(cianopropano), benzofenona, benzoína, Redox: mezcla de persulfato de amonio/metabisulfito de sodio, mezcla de hidroperóxido de cumilo/ión ferroso y/o mezcla de peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico. El nivel preferido de iniciador está en el intervalo de 0,1 a 5,0% p/p por peso de monómero, más preferentemente, el nivel está en el intervalo de 1,0 a 3,0% p/p por peso de monómero.

Opcionalmente se pueden usar agentes de transferencia de cadenas para reducir el grado de polimerización y, por tanto, el peso molecular final del polímero. Un agente de transferencia de cadenas contiene átomos de hidrógeno muy lábiles que son fácilmente sustraídos por una cadena de polímero en propagación. Esto termina la polimerización del polímero en crecimiento, pero genera un nuevo sitio reactivo en el agente de transferencia de cadenas que puede ser seguidamente tratado para iniciar una polimerización adicional del monómero restante. Los agentes de transferencia de cadenas en el contexto de la invención contienen normalmente una funcionalidad tiol (mercaptano) y pueden ser representados mediante la fórmula química general RS-H, como n-dodecil-mercaptano y 2-mercaptoetanol. Los agentes de transferencia de cadenas preferidos son monotioglicerol y n-dodecil-mercaptano, usados a niveles, preferentemente, de 0 a 5% p/p basados en el peso del monómero y, más preferentemente, a un nivel de 0,25% p/p basado en el peso del monómero.

Composiciones de tratamiento de lavandería

Las partículas de polímeros de la invención pueden ser incorporadas en composiciones de lavandería.

Las partículas de polímero son incluidas normalmente en dichas composiciones a niveles de 0,001% a 10%, preferentemente de 0,005% a 5%, lo más preferentemente de 0,01% a 3% en peso de la composición total.

ES 2 325 889 T3

El ingrediente activo en las composiciones es preferentemente un agente tensioactivo o un agente acondicionador de telas. Pueden ser incluidos más de un ingrediente activo. Para algunas aplicaciones, puede ser usada una mezcla de ingredientes activos.

5 Las composiciones de la invención pueden estar en cualquier forma física, por ejemplo, un sólido como polvo o gránulos, una pastilla, una barra sólida, una pasta, gel o líquido, especialmente, un líquido de base acuosa. En particular, las composiciones pueden ser usadas en composiciones de lavandería, especialmente en una composición de lavandería líquida, de polvos o de pastillas.

10 Las composiciones de la presente invención son preferentemente composiciones de lavandería, especialmente composiciones del ciclo principal de lavado (lavado de telas) o composiciones suavizantes añadidas en el aclarado. Las composiciones del ciclo principal de lavado pueden incluir un agente suavizante de telas y las composiciones suavizantes de telas añadidas en el aclarado pueden incluir compuestos tensioactivos, particularmente compuestos tensioactivos no iónicos.

15 Las composiciones detergentes de la invención pueden contener un compuesto con actividad superficial (tensioactivo) que puede ser es cogido entre compuestos de tensioactivos jabonosos y no jabonosos aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros y de iones híbridos y sus mezclas. Muchos compuestos tensioactivos adecuados están disponibles y están descritos en detalle en la bibliografía, por ejemplo, en "Surface-Active Agents and Detergents", volúmenes I y II, de Schwartz, Perry y Berch.

Los compuestos activos como detergentes preferidos que pueden ser usados son compuestos jabonosos y no jabonosos sintéticos aniónicos y no iónicos.

25 Las composiciones de la invención pueden contener alquilbenceno-sulfonato lineal, particularmente alquilbenceno-sulfonatos lineales que tienen una longitud de la cadena alquílica de C8 a C15. Es preferido que el nivel de alquilbenceno-sulfonato lineal sea de 0% en peso a 30% en peso, más preferentemente de 1% en peso a 25% en peso, lo más preferentemente de 2% en peso a 15% en peso, por peso de la composición total.

30 Las composiciones de la invención pueden contener otros tensioactivos aniónicos en cantidades adicionales a los porcentajes anteriormente citados. Los tensioactivos aniónicos adecuados son bien conocidos por los expertos en la técnica. Ejemplos incluyen alquil-sulfatos primarios y secundarios, particularmente alquil-sulfatos primarios de C8 a C15; alquil-éter-sulfatos; olefina-sulfonato; alquil-xileno-sulfonatos; dialquil-sulfosuccinatos y sulfonatos de ésteres de ácidos grasos. Generalmente son preferidas sales de sodio.

35 Las composiciones de la invención pueden contener también un tensioactivo no iónico. Los tensioactivos no iónicos que pueden ser usados incluyen los etoxilatos de alcoholes primarios y secundarios, especialmente los alcoholes alifáticos de C8 a C20 etoxilados con una media de 1 a 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol y, más especialmente, los alcoholes alifáticos primarios y secundarios de C10 a C15 etoxilados con una media de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol. Los tensioactivos no iónicos y o etoxilados incluyen alquil-policlicósidos, monoéteres de glicerol y polihidroxiamidas (glucamida).

Es preferido que el nivel de tensioactivo no iónico sea de 0% en peso a 30% en peso, preferentemente de 1% en peso a 25% en peso, lo más preferentemente e 2% en peso a 15% en peso por peso de la composición total.

45 Puede ser usado cualquier agente acondicionador de telas convencional en las composiciones de la presente invención. Los agentes acondicionadores de telas pueden ser catiónicos o no iónicos. Si el compuesto acondicionador de telas va a ser empleado en la composición detergente del lavado principal, el compuesto normalmente será no iónico. Para ser usado en la fase de aclarado, normalmente será catiónico. Pueden ser usados, por ejemplo, en cantidades de 50 0,5% a 35%, preferentemente de 1% a 30%, más preferentemente de 3% a 25% en peso de la composición.

Los compuestos suavizantes de telas catiónicos adecuados son materiales de amonio cuaternario sustancialmente insolubles en agua que comprenden una cadena larga de alquilo o alquenilo que tiene una longitud de cadena media mayor o igual a C20 o, más preferentemente, compuestos que comprenden un grupo de cabeza polar y dos cadenas de alquilo o alquenilo que tienen una longitud de cadena media mayor o igual a C14. Preferentemente, los compuestos suavizantes de telas tiene dos cadenas de alquilo o alquenilo de cadena larga que tienen cada una una longitud de cadena media mayor o igual a C16. Lo más preferentemente, al menos un 50% de los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga tienen una longitud de cadena de C18 o más. Es preferido que los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga del compuesto suavizante de telas sean preferentemente lineales.

60 Los compuestos de amonio cuaternario que tienen dos grupos alifáticos de cadena larga, por ejemplo, cloruro de diestearildimetil-amonio y cloruro de di(sebo hidrogenado-alquil)-dimetil-amonio, son ampliamente usados en composiciones acondicionadoras de aclarado disponibles en el comercio. Otros ejemplos de estos compuestos catiónicos se encuentran en la publicación "Surfactants Science Sires" volumen 34, ed. Richmond 1990, volumen 37, ed. Rubingh 65 1991 y volumen 53 eds. Cross and Spinger 1994, Marcel Dekker Inc., Nueva York".

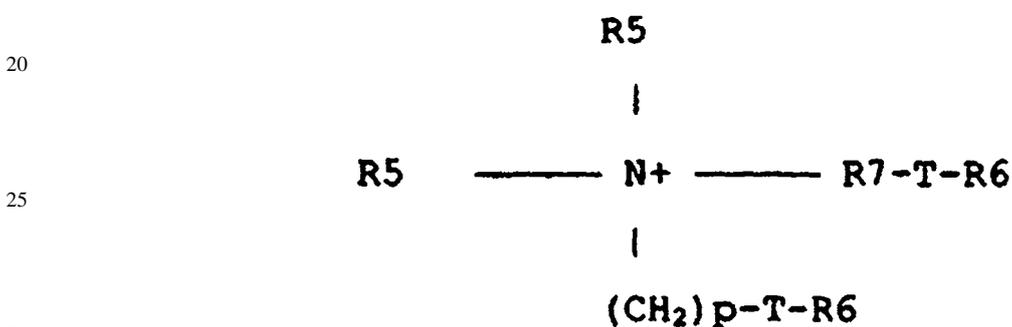
Cualquiera de los tipos convencionales de estos compuestos puede ser usado en las composiciones de la presente invención.

ES 2 325 889 T3

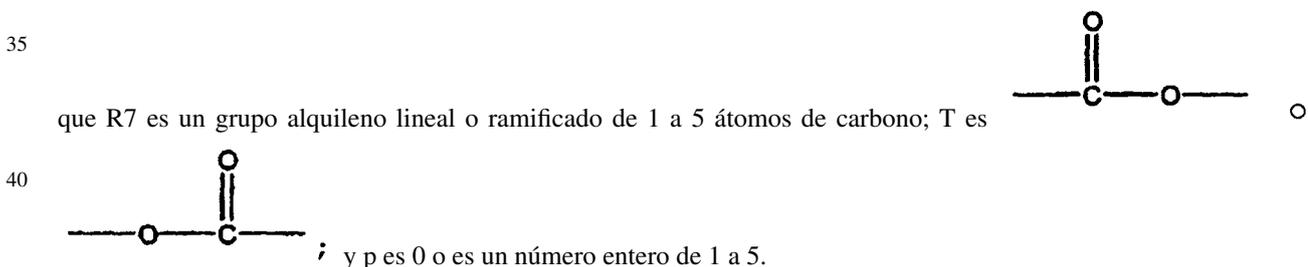
Los compuestos suavizantes de telas son preferentemente compuestos que proporcionan una excelente suavidad, y se caracterizan por una temperatura de transición $L\beta$ a $L\alpha$ de fusión de cadenas de más de 250°C , preferentemente más de 350°C , lo más preferentemente más de 450°C . Esta temperatura de transición $L\beta$ a $L\alpha$ puede ser medida mediante calorimetría de exploración diferencia, como se define en el manual "Handbook of Lipid Bilayers", D. Marsch, CRC Press, Boca Raton, Florida, 1990 (páginas 137 y 337).

Los compuestos suavizantes de telas sustancialmente insolubles en agua se definen como compuestos suavizantes de telas que tienen una solubilidad de menos de $1 \times 10^{-3}\%$ en peso en agua desmineralizada a 20°C . Preferentemente, los compuestos suavizantes de telas tienen una solubilidad de menos de $1 \times 10^{-4}\%$ en peso, más preferentemente de menos de 1×10^{-8} a $1 \times 10^{-6}\%$ en peso.

Son especialmente preferidos los compuestos suavizantes de telas catiónicos que son materiales de amonio cuaternario insolubles en agua que tienen dos grupos alquilo o alquenilo de C12-22 conectados a la molécula a través de al menos un enlace éster, preferentemente dos enlaces éster. Un material de amonio cuaternario con enlace éster especialmente preferido puede ser representado por la fórmula:

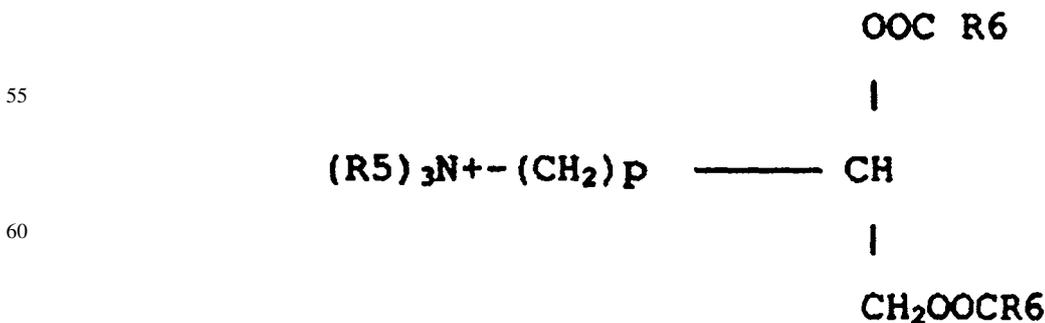


en la que cada grupo R5 se selecciona independientemente entre grupos alquilo o hidroxialquilo C1-4 o grupos alquenilo C2-4; cada grupo R6 se selecciona independientemente entre grupos alquilo o alquenilo C8-28 y en la



El cloruro de di(seboiloxietil)-dimetil-amonio y/o su análogo de sebo hidrogenado es un compuesto especialmente preferido de esta fórmula.

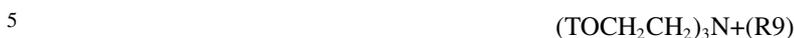
Un segundo tipo preferido de material de amonio cuaternario puede estar representado por la fórmula:



en la que R5, p y R6 son como se definieron anteriormente.

ES 2 325 889 T3

Un tercer tipo preferido de material de amonio cuaternario son los derivados de trietanolamina (en lo sucesivo denominados "TEA cuats") como se describe, por ejemplo, en el documento US 3.915.867 y representados por la fórmula:



en la que T es H o (R8-CO-) en la que el grupo R8 se selecciona independientemente entre grupos alquilo o alqueno C8-28 y R9 es un grupo alquilo o hidroxialquilo C1-4 o grupos alqueno C2-4. Por ejemplo, el di-sebo-éster de N-metil-N,N,N-trietanolamina o el cloruro metosulfato de amonio cuaternario de di-sebo-éster hidrogenado. Ejemplos de TEA cuats disponibles en el comercio incluyen Rewoquat WE18 y Rewoquat WE20, ambos parcialmente insaturados (de la empresa WITCO), Tetranyl AOT-1, completamente saturado (de la empresa KAO) y Stepantex VP 85, completamente saturado (de la empresa Stepan).

15 Es ventajoso que el material de amonio cuaternario sea biológicamente degradable.

Los materiales preferidos de esta clase, como propano-cloruro de 1,2-bis(seboiloxi hidrogenado)-3-trimetilamonio y sus métodos de preparación están descritos, por ejemplo, en el documento US 4.137.180 (Lever Brothers Co). Preferentemente, estos materiales comprenden pequeñas cantidades del correspondiente monoéster como se describe en el documento US 4.137.180, por ejemplo propano-cloruro de 1-seboiloxi hidrogenado-2-hidroxi-3-trimetilamonio.

Otros agentes suavizantes catiónicos útiles son las sales de alquil-piridinio y especies de imidazolinias sustituidas. También son útiles las aminas primarias, secundarias y terciarias y los productos de condensación de ácidos grasos con alquil-poliaminas.

25 Las composiciones pueden contener de forma alternativa o adicional suavizantes catiónicos de telas solubles en agua, como se describe en el documento GB 2.039.556 B (Unilever).

Las composiciones pueden comprender un compuesto suavizante de telas catiónico y un aceite, por ejemplo, como se describe en el documento EP-A-0829531.

Las composiciones pueden contener de forma alternativa o adicional agentes suavizantes de telas no iónicos como lanolina y sus derivados.

35 Las lecitinas y otros fosfolípidos son también compuestos suavizantes de telas adecuados.

En las composiciones suavizantes de telas, puede estar presente un agente estabilizador no iónico. Pueden estar presentes agentes estabilizadores no iónicos adecuados como alcoholes de C8 a C22 lineales alcoxilados con 10 a 20 moles de óxido de alqueno, alcoholes de C10 a C20 o sus mezclas. Otros agentes estabilizadores incluyen los polímeros desfloculantes descritos en los documentos EP 0415698 A2 y EP 0458599 B1.

45 Ventajosamente, el agente estabilizador no iónico es un alcohol lineal de C8 a C22 alcoxilado con 10 a 20 moles de óxido de alqueno. Preferentemente, el nivel de estabilizador no iónico está en el intervalo de 0,1 a 10% en peso, más preferentemente de 0,5 a 5% en peso, lo más preferentemente de 1 a 4% en peso. La relación en moles del compuesto de amonio cuaternario y/o otro agente suavizante catiónico respecto al agente estabilizador no iónico está adecuadamente en el intervalo de 40:1 a aproximadamente 1:1, preferentemente en el intervalo de 18:1 a aproximadamente 3:1.

50 La composición puede contener también ácidos grasos, por ejemplo, ácidos alquil- o alquenoil-monocarboxílicos de C8 a C24 o sus polímeros. Preferentemente se usan ácidos grasos saturados, en particular, ácidos grasos de C16 a C18 de sebo hidrogenado. Preferentemente, el ácido graso es no saponificado, más preferentemente el ácido graso es libre, por ejemplo, ácido oleico, ácido láurico ácido graso de sebo. El nivel de material de ácidos grasos es preferentemente de más de 0,1% en peso, más preferentemente de más de 0,2% en peso. Las composiciones concentradas pueden comprender de 0,5 a 20% en peso de ácido graso, más preferentemente 1% a 10% en peso. La relación en peso de material de amonio cuaternario u otro agente suavizante catiónico a material de ácido graso es preferentemente de 10:1 a 1:10.

60 Es posible también incluir ciertos tensioactivos catiónicos mono-alquílicos que pueden ser usados en composiciones del lavado principal para telas. Los tensioactivos catiónicos que pueden ser usados incluyen sales de amonio cuaternario de fórmula general R1R2R3R4N+x- en la que los grupos R son cadenas de hidrocarburos largas o cortas, normalmente de grupos alquilo, hidroxialquilo o alquilo etoxilado y X es un contraión (por ejemplo, compuestos en los que R1 es un grupo alquilo C8-C22, preferentemente un grupo alquilo C8-C10 o C12-C14, R2 es un grupo metilo y R3 y R4, que pueden ser iguales o diferentes, son grupos metilo o hidroxietilo); y ésteres catiónicos (por ejemplo, ésteres de colina).

65 La elección del compuesto con actividad superficial (tensioactivo) y la cantidad presente dependerán del uso previsto de la composición detergente. En composiciones para el lavado de telas, se pueden escoger diferentes sistemas tensioactivos, como es bien conocido por el formulador experimentado, para productos de lavada a mano y para productos destinados para ser usados en diferentes tipos de máquinas lavadoras.

ES 2 325 889 T3

La cantidad total de tensioactivo presente dependerá también del uso final previsto y puede ser tan elevado como 60% en peso, por ejemplo, en una composición para lavar telas a mano. En composiciones para el lavado a máquina de telas, generalmente es apropiada una cantidad de 5 a 40% en peso. Normalmente, las composiciones comprenderán al menos 2% en peso de tensioactivo, por ejemplo, 2-60%, preferentemente 15-40% y lo más preferentemente 25-35% en peso de la composición.

Las composiciones detergentes adecuadas para ser usadas en la mayoría de las máquinas automáticas para telas contienen generalmente un tensioactivo no jabonoso aniónico, o un tensioactivo no iónico, o combinaciones de los dos en cualquier relación adecuada, opcionalmente junto con un jabón.

Las composiciones de la invención, cuando son usadas como composiciones para el lavado de telas del ciclo principal, contendrán también generalmente uno o más mejoradores de la detergencia. La cantidad total de mejorador de la detergencia en las composiciones variará normalmente en el intervalo de 5 a 80% en peso, preferentemente de 10 a 60% en peso por peso de las composiciones.

Los mejoradores de la detergencia inorgánicos que pueden estar presentes incluyen carbonato de sodio, si se desea en combinación con una semilla de cristalización para carbonato de calcio, como se describe en el documento GB 1.437.950 (Unilever); aluminosilicatos cristalinos y amorfos, por ejemplo, zeolitas como se describen en el documento GB 1.473.201 (Henkel), aluminosilicatos amorfos como se describen en el documento GB 1.473.202 (Henkel) y aluminosilicatos mixtos cristalinos/amorfos como se describen en el documento GB 1.470.250 (Procter & Gamble); y silicatos en capas como se describen en el documento EP 164514 B (Hoechst). Los mejoradores de la detergencia de fosfatos inorgánicos, por ejemplo, el ortofosfato, pirofosfato y tripolifosfato de sodio son también adecuados para ser usados en esta invención.

Las composiciones de la invención contienen preferentemente un mejorador de la detergencia, preferentemente un mejorador de la detergencia de aluminosilicato de sodio. Los aluminosilicatos de sodio pueden ser incorporados generalmente en cantidades de 10 a 70% en peso (base anhidra), preferentemente de 25 a 50% en peso.

El aluminosilicato de metal alcalino puede ser cristalino o amorfo o sus mezclas, teniendo la fórmula general: $0,8-1,5 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,8-6 \text{ SiO}_2$.

Estos materiales contienen algo de agua de enlace y es necesario que tengan una capacidad de intercambio de iones de calcio de al menos 50 mg CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO_2 (en la fórmula anterior). Los materiales tanto amorfos como cristalinos pueden ser fácilmente preparados mediante reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, como está ampliamente descrito en la bibliografía. Mejoradores de la detergencia de intercambio iónico de aluminosilicatos de sodio cristalinos adecuados se describen, por ejemplo, en el documento GB 1.429.143 (Procter & Gamble). Los aluminosilicatos de sodio preferidos de este tipo son las zeolitas A y X bien conocidas y disponibles en el comercio, y sus mezclas.

La zeolita puede ser la zeolita 4A disponible en el comercio, de amplio uso en la actualidad en polvos de detergentes de lavandería. Sin embargo, de acuerdo con una realización preferida de la invención, el mejorador de la detergencia de zeolita incorporado en las composiciones de la invención es la zeolita P con contenido máximo de aluminio (zeolita MAP) como se describe y reivindica en el documento EP 384070 A (Unilever). La zeolita MAP se define como un aluminosilicato de metal alcalino de tipo zeolita P que tiene una relación en peso de silicio a aluminio que no sobrepasa 1,33, preferentemente en el intervalo de 0,90 a 1,33 y, más preferentemente, en el intervalo de 0,90 a 1,20.

Es especialmente preferida la zeolita MAP que tiene una relación en peso de silicio a aluminio que no sobrepasa 1,07, más preferentemente de forma aproximada 1,00. La capacidad de unión a calcio de la zeolita MAP es generalmente de al menos 150 mg de CaO por g de material anhidro.

Los mejoradores de la detergencia orgánicos que pueden estar presentes incluyen polímeros de policarboxilatos como poliacrilatos, copolímeros acrílicos/maleicos y fosfinatos acrílicos; policarboxilatos monómeros como citratos, gluconatos, oxidisuccinatos, mono- di- y tri-succinatos de glicerol, carboximetiloxi-succinatos, carboximetiloxima-lonatos, dipicolinatos, hidroxietiliminodiacetatos, alquil- y alquenil-malonatos y succinatos y sales de ácidos grasos sulfonatados. Esta lista no está prevista que sea exhaustiva.

Los mejoradores de la detergencia orgánicos especialmente preferidos son los citratos, adecuadamente usados en cantidades de 5 a 30% en peso, preferentemente de 10 a 25% en peso, y los polímeros acrílicos, más especialmente copolímeros acrílicos/maleicos, adecuadamente usados en cantidades de 0,5 a 15% en peso, preferentemente de 1 a 10% en peso.

Los mejoradores de la detergencia, tanto inorgánicos como orgánicos, están presentes preferentemente en forma de sal de metales alcalinos, especialmente sal de sodio.

Las composiciones de acuerdo con la invención pueden contener también adecuadamente un sistema de blanqueo. Las composiciones para el lavado de telas pueden contener deseablemente compuestos blanqueadores de peróxígeno, por ejemplo, persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos, capaces de producir peróxido de hidrógeno en solución acuosa.

ES 2 325 889 T3

Los compuestos blanqueadores de peróxígeno adecuados incluyen peróxidos orgánicos como peróxido de urea y persales inorgánicas como los perboratos, percarbonatos, perfosfatos, persilicatos y persulfatos de metales alcalinos. Las persales inorgánicas preferidas son monohidrato y tetrahidrato de perborato de sodio y percarbonato de sodio.

5 Es especialmente preferido el percarbonato de sodio que tiene un revestimiento protector contra la desestabilización por la humedad. El percarbonato de sodio que tiene un revestimiento protector que comprende metaborato de sodio y silicato de sodio se describe en el documento GB 2.123.044 B (Kao).

10 El compuesto blanqueador de peróxígeno está presente adecuadamente en una cantidad de 0,1 a 35% en peso, preferentemente de 0,5 a 25% en peso. El compuesto blanqueador de peróxígeno puede ser usado conjuntamente con un activador de blanqueo (precursor de blanqueo) para mejorar la acción blanqueadora a bajas temperaturas de lavado. El precursor de blanqueo está presente adecuadamente en una cantidad de 0,1 a 8% en peso, preferentemente de 0,5 a 5% en peso.

15 Los precursores de blanqueo preferidos son precursores de ácidos peroxycarboxílicos, más especialmente precursores de ácido peracético y precursores de ácido pernonanoico. Los precursores de blanqueo especialmente preferidos para ser usados en la presente invención son N,N-N',N'-tetraacetil-etilendiamina (TAED) y nonanoiloxibenceno-sulfonato (SNOBS). Los nuevos precursores de blanqueo de amonio y fosfonio descritos en los documentos US 4.751.015 y US 4.818.426 (Lever Brothers Company) y EP 402971 A (Unilever), y los precursores de blanqueo catiónicos descritos en los documentos EP 284292 A y EP 303520 A (Kao) son también de interés.

20 El sistema de blanqueo puede ser complementado o sustituido con un peroxiácido. Ejemplos de estos perácidos se pueden encontrar en los documentos US 4.686.063 y US 5.397.501 (Unilever). Un ejemplo preferido es la clase imido-peroxycarboxílica de perácidos descrita en los documentos EP-A-325288, EP-A-349940, DE 3823172 y EP 325289. Un ejemplo particularmente preferido es el ácido ftalimido-peroxi-caproico (PAP). Estos perácidos están presentes adecuadamente a 0,1-12%, preferentemente 0,5-10%.

30 Puede estar presente también un estabilizador de blanqueo (secuestrante de metales de transición). Los estabilizadores de blanqueo adecuados incluyen etilendiamino-tetraacetato (EDTA) los polifosfonatos como Dequest (marca comercial) y estabilizadores que no son de fosfatos como EDDS (ácido etilendiamino-disuccínico). Estos estabilizadores de blanqueo son útiles también para la supresión de manchas, especialmente en productos que contienen niveles bajos de especies blanqueadoras o especies no blanqueadoras.

35 Un sistema de blanqueo especialmente preferido comprende un compuesto blanqueador de peróxígeno (preferentemente percarbonato de sodio opcionalmente junto con un activador de blanqueo) y un catalizador de blanqueo de metales de transición, como se describe y reivindica en los documentos EP 458397 A, EP 458389 A y EP 509787 A (Unilever).

40 Las composiciones de acuerdo con la invención pueden contener también una o más enzima(s).

45 Las enzimas adecuadas incluyen las proteasas, amilasas, celulasas, oxidasas, peroxidases y lipasas utilizables para ser incorporadas en composiciones detergentes. Las enzimas proteolíticas preferidas (proteasas) son materiales de proteínas catalíticamente activas que degradan o alteran tipos de proteínas de las manchas cuando están presentes, como en manchas de telas en una reacción de hidrólisis. Pueden ser de cualquier origen adecuado, como de origen vegetal, animal, bacteriano o de levaduras.

50 Están disponibles y pueden ser usadas en la presente invención enzimas proteolíticas o proteasas de diversas cualidades y orígenes y que tienen actividad en diversos intervalos de pH que varían en el intervalo de 4-12. Ejemplos de enzimas proteolíticas adecuadas son las subtilisinas que son obtenidas a partir de cepas particulares de *B. Subtilis*, *B. licheniformis*, como las subtilisinas disponibles en el comercio Maxatase (marca comercial), suministrada por la empresa Genencor International N.V., Delft, Holanda, y Alcalase (marca comercial), suministrada por la empresa Novosymes Industri A/S, Copenhague, Dinamarca.

55 Es particularmente adecuada una proteasa obtenida a partir de una cepa de *Bacillus* que tiene una actividad máxima en el intervalo de pH de 8-12, que está disponible en el comercio, por ejemplo, en la empresa Novozymes Industri A/S bajo las marcas registradas Esperase (marca comercial) y Savinase (marca comercial). La preparación de estas y enzimas análogas se describe en el documento GB 1.243.785. Otras proteasas comerciales son Kazusase (marca comercial que se puede obtener de la empresa Showa-Denko de Japón), Optimase (marca comercial de la empresa Miles Kali-Chemie, Hannover, Alemania) y Superase (marca comercial que se puede obtener de la empresa Pfizer de EE.UU.).

60 Las enzimas de detergencia son empleadas comúnmente en forma granular en cantidades de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3,0% en peso. Sin embargo, puede ser usada cualquier forma física adecuada de enzima.

65 Las composiciones de la invención pueden contener un carbonato de metal alcalino, preferentemente sodio, con el fin de aumentar la detergencia y la facilidad de tratamiento. El carbonato de sodio puede estar presente adecuadamente en cantidades que varían en el intervalo de 1 a 60% en peso, preferentemente de 2 a 40% en peso. Sin embargo, las composiciones que contienen poco o nada de carbonato de sodio están también dentro del alcance de la invención.

El flujo de polvo puede ser mejorado mediante la incorporación de una pequeña cantidad de un estructurante de polvos, por ejemplo, un ácido graso (o jabón de ácido graso), un azúcar, un acrilato o un copolímero de acrilato/maleato o silicato de sodio. Un estructurante de polvos preferido es un jabón de ácidos grasos, adecuadamente presente en una cantidad de 1 a 5% en peso.

Otros materiales que pueden estar presentes en las composiciones detergentes de la invención incluyen silicato de sodio, agentes anti-redepósito como polímeros celulósicos, polímeros supresores de la suciedad; sales inorgánicas como sulfato de sodio; o mejoradores de la formación de espuma en la medida apropiada; enzimas proteolíticas y lipolíticas; colorantes; partículas coloreadas; agentes de contraste y polímeros desacoplantes. Esta lista no está previsto que sea exhaustiva.

La composición detergente, cuando es diluida en el líquido de lavado (durante un ciclo de lavado típico) proporcionará normalmente un pH del líquido de lavado de 7 a 10,5 para un detergente del lavado principal.

Las composiciones detergentes en forma de partículas son preparadas adecuadamente secando por aspersión una suspensión de ingredientes compatibles insensibles al calor y seguidamente pulverizando o post-dosificando los ingredientes inadecuados para un tratamiento por medio de la suspensión. El formulador de detergentes experto no tendrá dificultad en decidir qué ingredientes deben ser incluidos en la suspensión y cuáles no.

Las composiciones detergentes en forma de partículas de la invención tienen preferentemente una densidad aparente de al menos 400 g/litro, más preferentemente al menos 500 g/litro. Las composiciones especialmente preferidas tienen densidades aparentes de al menos 650 g/litro, más preferentemente al menos 700 g/litro.

Estos polvos pueden ser preparados mediante densificación posterior a la torre del polvo secado por aspersión, o mediante métodos completamente sin torres, como mezcladura y granulación en seco; en ambos casos se puede usar ventajosamente un mezclador/granulador a velocidad elevada. Se describen procesos que usan mezcladores/granuladores a velocidades elevadas, por ejemplo, en los documentos EP 340013 A, EP 367339 A, EP 390251 A y EP 420317 A (Unilever).

Las composiciones detergentes líquidas pueden ser preparadas mezclando los ingredientes esenciales y opcionales de la misma en cualquier orden deseado para proporcionar las composiciones que contienen los componentes en las concentraciones necesarias. Las composiciones líquidas de acuerdo con la presente invención pueden estar también en forma compacta, lo que significa que contendrán un nivel inferior de agua en comparación con un detergente líquido convencional.

Formas del producto

La composición de la invención puede estar en la forma de un líquido, sólido (por ejemplo, polvo o pastilla), un gel o pasta, pulverización, barrita, barra o una espuma o crema. Los medios para fabricar cualquiera de las formas del producto son bien conocidos en la técnica. Si las partículas de polímero van a ser incorporadas en un polvo (opcionalmente el polvo que va a ser compactado) y tanto si van a ser previamente emulsionadas como si no, son opcionalmente incluidas en un componente granular separado.

Sustrato

Cuando se usa en lavandería, el sustrato puede ser cualquier sustrato sobre el que es deseable depositar partículas de polímero y que es sometido a un tratamiento como un proceso de lavado o aclarado.

En particular, el sustrato puede ser una tela textil.

Tratamiento

El tratamiento del sustrato con el material de la invención se puede hacer mediante cualquier método adecuado como lavado, remojo o aclarado del sustrato, pero preferentemente mediante una aplicación directa como pulverización, frotamiento, salpicadura, esparcido, etc.

El tratamiento puede incluir poner en contacto el sustrato con un medio acuoso que comprenda el material de la invención.

El tratamiento puede ser proporcionado en forma de una composición de pulverización, por ejemplo, para una aplicación doméstica (o industrial) a una tela en un tratamiento separado de un proceso de lavandería doméstico convencional. Se describen dispositivos de suministro de pulverización adecuados en el documento WO 96/15310 (Procter & Gamble) que se incorpora como referencia a la presente memoria descriptiva. Alternativamente, la composición puede ser aplicada a través canalones de un depósito de agua, un depósito separado o un cartucho de pulverización en un canalón, como se describe en los documentos EP 1301816 y WO 99/27176.

Ejemplos

Se explicarán seguidamente realizaciones de la presente invención más en detalle mediante una referencia a los siguientes ejemplos no limitativos:

5

En los siguientes ejemplos, cuando se mencionan porcentajes, deben entenderse como porcentajes en peso salvo que se establezca otra cosa.

10 **Ejemplo 1***Preparación de un perfume modelo*

Se preparó un perfume modelo simple y se usó en los siguientes ejemplos. Los componentes del perfume modelo se seleccionaron sobre las siguientes bases:

15

- 1) el componente formaba fracciones medias y básicas, y
- 2) el componente estaba fácilmente disponible en el comercio.

20

Los componentes así seleccionados se muestran en la Tabla 1.

25

TABLA 1

Componentes de perfume usados para preparar un perfume modelo simple

30

Componente	Código de catálogo Aldrich	Fórmula	F.W.	P.E. (°C)
α,α -Fenetil-acetato de dimetilo (DMPEA)	W239208	$C_{12}H_{16}O_2$	192	250
Dihidro-jasmonato de metilo (MDHJ)	W340804	$C_{13}H_{22}O_3$	226	110 a 0,2 mm Hg
Fenilacetato de fenetilo (PEPA)	W286605	$C_{16}H_{16}O_2$	325	325

45

La composición del perfume modelo se muestra en la Tabla 2.

50

TABLA 2

Composición del perfume modelo simple

55

Componente	Peso (g)	% p
α,α -Fenetil-acetato de dimetilo (DMPEA)	7,8644	33,18
Dihidro-jasmonato de metilo (MDHJ)	7,9347	33,26
Fenilacetato de fenetilo (PEPA)	7,8445	33,55

65

ES 2 325 889 T3

Ejemplo 2 comparativo

Preparación de partículas de polímero/perfume con adyuvante de depósito de LBG mediante polimerización en miniemulsión híbrida

5 Se prepararon partículas comparativas mediante la vía de polimerización en miniemulsión híbrida en presencia de LBG como sigue:

En primer lugar se prepararon soluciones madre como sigue:

10 1. Se preparó una solución madre de goma de algarrobo (LBG) al 1% disolviendo lentamente LBG (5 g) en agua caliente (500 g) con agitación continuada. (Esta solución madre se mantuvo refrigerada una vez preparada).

15 2. Se preparó una solución de monómeros/perfume modelo disolviendo perfume modelo (5 g) en metacrilato de butilo (50 g) y añadiendo seguidamente hexadecano (2 g).

20 Seguidamente se prepararon partículas de látex de miniemulsión híbrida de de polímero/perfume modelo usando las soluciones madre y el siguiente método:

1. Se disolvieron dodecil-sulfato de sodio (SDS, 0,25 g), Synperonic A20 (1 g) y 50 g de solución madre de LBG al 1% en agua desmineralizada (358,75 g).

25 2. A la mezcla anterior se añadieron 57 g de la solución de monómeros/perfume modelo mezclando con un mezclador Ultratorax a 20.000 rpm durante 5 minutos, dando lugar a una emulsión en bruto.

30 3. Seguidamente la emulsión en bruto fue sometida a ultrasonidos con una sonda sónica a plena potencia durante 10 minutos, con agitación proporcionada por una placa caliente agitadora y pulga agitadora en la emulsión en bruto. Esto dio lugar a la formación de gotitas de miniemulsión.

3. Las gotitas de la miniemulsión se colocaron en un recipiente adecuado, como una caldera de polimerización, equipada con un agitador de cabezal elevado, condensador, baño de aceite de temperatura controlada y termopar y se calentaron hasta que la mezcla alcanzó los 75°C.

35 5. Una vez que la mezcla alcanzó la temperatura deseada, se añadió el sistema de iniciación, a saber, bicarbonato de sodio (0,5 g) en agua (10 g) más persulfato de amonio (0,5 g) en agua (10 g).

6. La polimerización se dejó continuar durante 2 horas.

40 7. Una vez que terminó la reacción, la mezcla de reacción se dejó enfriar y se añadió tensioactivo adicional (Tween 80 (2 g) en agua (10 g)) para ayudar a estabilizar el látex.

45 Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 10% de los que un 1% era perfume.

Ejemplo comparativo A

50 Se preparó un ejemplo comparativo (A) que no contenía partículas de polímero, sino 1% de perfume modelo (perfume emulsionado) añadiendo solución madre de tensioactivo (50 g) a agua desmineralizada (445 g) y añadiendo 5 g de perfume modelo. La mezcla se agitó a mano para dispersar y solubilizar el perfume.

55 Ejemplo comparativo B

Se preparó un ejemplo comparativo (B) usando el método anterior, con la excepción de que se omitió la solución de LBG al 1% (50 g) y se añadieron 50 g adicionales de agua desmineralizada en la fase 1.

60 Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 10%, de los que un 1% era perfume.

65

ES 2 325 889 T3

Ejemplo 3

Preparación de partículas del núcleo de polímero/perfume mediante polimerización en miniemulsión híbrida con cortezas de PVAc y adyuvante de depósito de LBG

5 Se prepararon partículas de acuerdo con la invención mediante la vía de miniemulsión híbrida para la síntesis del núcleo de polímero/perfume y seguidamente se añadió una corteza de PVAc injertada con LBG adicional a través de una polimerización en emulsión como sigue:

10 En primer lugar, se prepararon soluciones madres como sigue:

1. Se preparó una solución madre de goma de algarrobo (LGB) al 1% disolviendo lentamente LGB (5 g) en agua caliente (500 g) con agitación continuada. (Esta solución madre se mantuvo refrigerada una vez preparada).

15 2. Se preparó una solución de monómeros/perfume disolviendo perfume modelo (5 g) en metacrilato de butilo (50 g) y añadiendo seguidamente hexadecano (2 g).

20 Seguidamente se prepararon partículas de látex en miniemulsión híbrida de polímero/perfume modelo usando las soluciones madres y el siguiente método:

1. Se disolvieron dodecil-sulfato de sodio (SDS, 0,25 g), Synperonic A20 (1 g) en agua desmineralizada (322,8 g).

25 2. A la mezcla anterior se añadieron 57 g de la solución de monómeros/perfume modelo mezclando con un mezclador Ultratorax a 20.000 rpm durante 5 minutos, dando lugar a una emulsión en bruto.

3. Seguidamente la emulsión en bruto fue sometida a ultrasonidos usando una sonda sónica a plena potencia durante 10 minutos, con agitación proporcionada por medio de una placa caliente agitadora y pulga agitadora en la emulsión en bruto. Esto dio lugar a la formación de gotitas de miniemulsión.

30 4. Las gotitas de la miniemulsión se colocaron en un recipiente adecuado, como una caldera de polimerización, equipado con un agitador de cabezal elevado, condensador, baño de aceite de temperatura controlada y un termopar y se calentaron hasta que la mezcla alcanzó los 75°C.

35 5. Una vez que la mezcla alcanzó la temperatura deseada, se añadió el sistema de iniciación, a saber, bicarbonato de sodio (0,5 g) en agua (10 g) más persulfato de amonio (0,5 g) en agua (10 g).

6. La polimerización se dejó continuar durante 2 horas.

40 7. Seguidamente se añadieron acetato de vinilo (25 g) y solución de LBG al 1% (50 g) al matraz de reacción.

8. Se añadió un sistema iniciador de 35% en peso de peróxido de hidrógeno (0,77 g) en agua (5 g) y ácido ascórbico (0,25 g) en agua (5 g).

45 9. Se dejó que se produjera la polimerización durante 1 hora.

10. Una vez que la reacción hubo terminado, la mezcla de reacción se dejó enfriar y se añadió tensioactivo adicional (Tween 80 (2 g) en agua (10 g)) para ayudar a estabilizar el látex.

50 Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 15% del que un 1% era perfume.

55 Ejemplo comparativo C

Se preparó un ejemplo comparativo (C) usando el método anterior, con la excepción de que se omitió la solución de LBG al 1% (50 g) y se añadieron 50 g adicionales de agua desmineralizada en la fase 1.

60 Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 15% del que un 1% era perfume.

65

ES 2 325 889 T3

Ejemplo 4

Preparación de partículas de núcleo de látex de polímero/perfume mediante miniemulsión artificial con cortezas de PVAc y adyuvante de depósito de LGB

Se prepararon partículas de acuerdo con la invención mediante la vía de miniemulsión artificial como sigue:

En primer lugar, se preparó una solución de polímero/perfume modelo en diclorometano (DCM) disolviendo perfume modelo (5 g) en poli(metacrilato de butilo) (50 g) y hexadecano (2 g) en diclorometano (DCM, 200 g).

Seguidamente se prepararon partículas de látex en miniemulsión artificial de polímero/perfume modelo usando el siguiente método:

1. Se disolvieron dodecil-sulfato de sodio (0,25 g), Synperonic A20 (1 g) en agua desmineralizada (343,8 g).

2. Se añadió la solución de polímero/perfume modelo/DCM (257 g) a la mezcla de tensioactivo/agua con mezcla con un mezclador ULtratorax a 20.000 rpm durante 5 minutos para formar una emulsión en bruto.

3. Usando una sonda sónica, la emulsión en bruto se sometió a ultrasonidos a plena potencia durante 10 minutos con agitación proporcionada por una placa caliente agitadora y pulga agitadora en la emulsión en bruto para formar gotitas de miniemulsión.

4. Las gotitas de la miniemulsión se colocaron seguidamente en un matraz de fondo redondo adecuado y el DCM se separó usando un evaporador rotatorio y análisis gravimétrico para verificar la pérdida de DCM.

5. Las gotitas de la miniemulsión se colocaron en un recipiente adecuado, como una caldera de polimerización, equipada con un agitador de cabezal elevado, condensador, baño de aceite de temperatura controlada y termopar.

6. Se añadieron acetato de vinilo (25 g) y solución de LGB al 1% (50 g) al matraz de reacción.

7. El matraz de reacción se calentó hasta que la mezcla alcanzó los 75°C.

8. Se añadió un sistema iniciador de 35% en peso de peróxido de hidrógeno (0,77 g) en agua (5 g) y ácido ascórbico (0,25 g) en agua (5 g).

9. La polimerización se dejó continuar durante 1 hora.

10. Una vez que la reacción hubo terminado, la mezcla de reacción se dejó enfriar y se añadió tensioactivo adicional (Tween 80 (2 g) en agua (10 g)) para ayudar a estabilizar el látex.

Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 15% del que un 1% era perfume.

Ejemplo comparativo D

Se preparó un ejemplo comparativo (D) usando el método anterior, con la excepción de que se omitió la solución de LBG al 1% (50 g) y se añadieron 50 g adicionales de agua desmineralizada en la fase 1.

Los sólidos se determinaron por gravimetría secando una cantidad conocida en una estufa a 50°C durante 1 hora. Se encontró que eran un 15%, del que un 1% era perfume.

Ejemplo 5

Depósito de lavado de ejemplo comparativo A y B, ejemplo comparativo 2, ejemplo comparativo C, ejemplo 3, ejemplo comparativo D y ejemplo 4 sobre algodón tejido

Se realizó el depósito de las siguientes muestras sobre algodón tejido bajo un proceso de lavado simulado:

Ejemplo comparativo A = perfume modelo emulsionado

Ejemplo comparativo B = polímero/miniemulsión (ME) de perfume polimerizada

Ejemplo comparativo 2 = polímero injertado de LGB/ME de perfume polimerizada

Ejemplo comparativo C = polímero/núcleo polimerizado de ME de perfume - corteza de PVAc

ES 2 325 889 T3

Ejemplo 3 = polímero/núcleo polimerizado de ME de perfume - corteza de LBG-PVAc

Ejemplo comparativo D = polímero/núcleo artificial (art) de perfume - corteza de PVAc+

5 Ejemplo 4 = polímero/núcleo artificial (art) de perfume - corteza de LGB-PVAc

El nivel de perfume contenido en cada una de las muestras anteriores era de 1%.

10 El procedimiento de lavado fue como viene a continuación:

El proceso de lavado simulado

Preparación de soluciones madres

15 Solución madre de tensioactivo: (10 g/l 50:50 LAS:A7) se preparó disolviendo alquilo lineal-benceno-sulfonato (9,09 g de LAS (55% activo)) y Synperonic A7 (5 g) en agua desionizada hasta un total de 1 litro.

20 Solución madre de tampón de base: Se preparó (0,1 M) disolviendo carbonato de sodio (7,5465 g) e hidrógeno-carbonato de sodio (2,4195 g) en agua desionizada hasta un total de 1 litro.

Preparación del líquido de lavado

25 Se añadieron solución madre de tampón de base (12,5 ml) y solución madre de tensioactivo (12,5 ml) a un vaso Linitest de 500 ml y se añadieron 100 ml de agua desionizada para producir un líquido de lavado tamponado a pH 10,5 y que contenía 1 g/l de tensioactivo (50:50 LAS:A7).

Lavado simulado

30 Una cantidad de 0,3 g de las muestras anteriores (que equivalen a 0,003 g de perfume y 30 ppm de perfume en el líquido de lavado) se añadieron cada una a los vasos Linitest que contenían líquido de lavado y se agitaron ligeramente para asegurar la mezcladura. (Los lavados se hicieron por duplicado para cada muestra y se halló la media de los resultados).

Procedimiento e instalación Linitest

40 Una sección de algodón no fluorescente que medía 20 cm por 20 cm se colocó en cada vaso Linitest que contenía el líquido de lavado y partículas de polímero y el vaso se cerró herméticamente.

45 El Linitest es una máquina lavadora a escala de laboratorio con derechos de propiedad (de la empresa Heraeus). La instalación está diseñada y construida para cumplir los requisitos de las especificaciones internacionales de ensayos estándar. Es usado para ensayar la detergencia y la supresión de manchas a pequeña escala, particularmente cuando se requieren bajas relaciones de líquido a ropa.

50 Hay varios modelos de Linitest disponibles en el comercio. El modelo usado en este caso tiene una velocidad de rotación única de 40 rpm. El dispositivo portador es capaz de acomodar doce recipientes de acero de 500 ml y se puede hacer funcionar a una temperatura hasta 100°C.

Principios generales

55 El Linitest comprende un depósito de 20 litros, un sistema de control y mecanismo conductor. Los elementos calentadores tubulares con control permanente por termostato en la base del depósito calientan el líquido del baño hasta la temperatura requerida. La construcción de acero inoxidable completa asegura una transferencia de calor eficaz para los recipientes de muestras que están dispuestos en un dispositivo portador horizontal rotatorio accionado por un motor de engranajes. El movimiento rotatorio del dispositivo portador "lanza" el líquido desde un extremo del recipiente hasta el otro en una acción continua. Este movimiento simula el proceso de lavado mecánico y se puede obtener una acción mecánica adicional usando pivotes o discos con bolas de acero.

Condiciones de lavado

65 Los vasos del dispositivo Linitest se unieron al bastidor del Linitester y se hicieron rotar 45 minutos a 40°C para simular el lavado principal. Seguidamente las ropas se retiraron y se escurrieron a mano.

ES 2 325 889 T3

Aclarados simulados

Seguidamente los vasos Linitest fueron aclarados a fondo y las ropas “escurridas” se hicieron volver a los vasos y se añadieron 125 ml de agua desionizada. El agua del baño del Linitester se vació y los vasos se unieron al bastidor y se hicieron rotar durante 10 minutos a temperatura ambiente (20°C) para simular un procedimiento de aclarado. Seguidamente las ropas se retiraron y se escurrieron a mano. Este procedimiento se repitió dos veces más para simular el segundo y tercer aclarado. Las ropas aclaradas finales se colgaron durante una noche para secarlas.

10 *Cuantificación de perfume en telas secas*

Cada ejemplar de ropa se cortó en cuartos (10 x 10 cm, 1,5 g) y se añadió a 15 ml de tetrahidrofurano (THF) y se agitó (dispositivo Roller Mixer SRT2, de la empresa Stuart Scientific) durante un a noche (15 h) para extraer el perfume de la ropa. (El análisis se hizo por duplicado y se avaloraron 2 ejemplares de cada muestra). El nivel de perfume extraído de la tela en el disolvente de THF se determinó usando un cromatógrafo de gases con un detector del espectro de masas (GC-MS) usando una verificación iónica seleccionada (SIM). Se experimentó un patrón que contenía 30 ppm de perfume modelo al comienzo del análisis antes de experimentar todas las muestras. Los ajustes de GC-MS fueron como sigue:

20 Estufa - Inicial 50°C mantenidos durante 2 minutos.

Ascenso - 20°C/minuto. Temperatura final 300°C.

25 Tiempo total del experimento 14,50 minutos.

Columna - HP-5HS 30 m x 0,15 mm - 0,25 µm de grosor.

Inyector - 1 µl, Splitless, retraso del disolvente = 3 minutos.

30 MS - Verificación iónica seleccionada (SIM).

Los parámetros usados para el análisis SIM se muestran en la Tabla 3.

35 **TABLA 3**

Parámetros SIM para el MS para detectar y cuantificar cada componente en el perfume modelo simple

Componente	RT (minutos)	Ion m/e	Margen de tiempo (min.)
45 α,α -fenetil-acetato de dimetilo (DMPEA)	8,21	132	3-9
Dihidro-jasmonato de metilo (MDHJ)	10,34	156	9-11
50 Fenilacetato de fenetilo (PEPA)	11,84	104	11-14,5

55 *Cálculo del porcentaje de depósito de perfume*

Si se depositó todo el perfume (0,003/4 = 0,00075 g) y se extrajo de la ropa cuarteada (10 x 10 cm) en los 15 ml de THF, la concentración detectada sería 50 ppm. La relación de la suma de los 3 picos para cada muestra respecto a la suma del área del pico del patrón (x30) proporcionaría una medida del nivel (en ppm) del perfume que se depositó en la ropa. La relación de este valor sobre el nivel máximo de 50 ppm que podría estar presente (x100) proporcionó una medida del porcentaje de perfume depositado.

65 El porcentaje de perfume depositado para el ejemplo comparativo A y B, ejemplo 2, ejemplo comparativo C, ejemplo 3, ejemplo comparativo D y ejemplo 4 se muestran en la Tabla 4.

ES 2 325 889 T3

TABLA 4

Comparación de porcentaje depositado durante un proceso de lavado simulado para el ejemplo comparativo A y B, ejemplo comparativo 2, ejemplo comparativo C, ejemplo 3, ejemplo comparativo D y ejemplo 4

5

10

15

20

25

30

Muestra	Detalles	% Composición de lavado
Ejemplo comparativo A	Perfume modelo emulsionado	1,6
Ejemplo comparativo B	Polímero/Miniemulsión de perfume polimerizada	4,1
Ejemplo 2 (comparativo)	Polímero injertado LBG/Miniemulsión de perfume polimerizada	5,5
Ejemplo comparativo C	Polímero/Núcleo polimerizado de miniemulsión de perfume - corteza de PVAc	1,4
Ejemplo 3	Polímero/Núcleo polimerizado de miniemulsión de perfume - corteza de LGB-PVAc	7,3
Ejemplo comparativo D	Polímero/Núcleo artificial de perfume - corteza de PVAc	0,9
Ejemplo 4	Polímero/Núcleo artificial de perfume - corteza de LGB-PVAc	18,9

35

Los resultados muestran la mejora significativa de depósito conseguida a partir de variantes injertadas de LBG en comparación con el de perfume emulsionado.

40

Los resultados muestran adicionalmente que el depósito de perfume puede ser mejorado usando partículas con un núcleo que comprenda perfume y una corteza, con el adyuvante de depósito injertado en la corteza.

45

50

55

60

65

ES 2 325 889 T3

REIVINDICACIONES

1. Una partícula de polímero, que comprende un núcleo en la que el núcleo comprende un perfume y un polímero que comprende unidades monómeras que son derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en:
- monómeros con una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/l, y/o
 - monómeros con una solubilidad en agua de 0,1 a 30 g/l, y
 - opcionalmente, monómeros con una solubilidad en agua de más de 30 g/l, y/o
 - opcionalmente, reticulantes;
- en donde la partícula comprende adicionalmente una corteza, en donde la corteza comprende unidades monómeras seleccionadas entre los apartados b) y opcionalmente c) y/o opcionalmente d), y
- en donde la partícula comprende adicionalmente un adyuvante de depósito no iónico.
2. Una partícula según la reivindicación 1, en la que el adyuvante de depósito es un polisacárido que tiene enlaces β -1,4.
3. Una partícula según la reivindicación 2, en la que el polisacárido se selecciona entre el grupo que consiste en un polimanano, un poliglucano, un poliglucomanano, un polixiloglucano y un poligalactomanano o una mezcla de los mismos.
4. Una partícula según la reivindicación 3, en la que el polisacárido es goma de algarrobo.
5. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el perfume está presente en una cantidad de 1 a 50% en peso total de la partícula, preferentemente de 10 a 50% en peso total de la partícula.
6. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el perfume tiene un peso molecular de 50 a 500.
7. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el perfume tiene un punto de ebullición de 30 a 500 grados centígrados.
8. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el polímero comprende unidades monómeras que son derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en olefinas, etileno, monómeros vinil-aromáticos, ésteres de alcohol vinílico con ácidos mono- y di-carboxílicos, ésteres de ácidos mono- y di-carboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica y alcoholes, nitrilos de ácidos carboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica, dienos conjugados, ácidos monocarboxílicos y dicarboxílicos con insaturación α,β -monoetilénica y sus amidas, ácido metacrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, ácido acrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, maleato de dimetilo o di-n-butilo y/o ácido vinil-sulfónico y sus sales solubles en agua y sus mezclas.
9. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que los monómeros a), b), c) y d) comprenden lo siguiente:
- octoato de vinilo; decanoato de vinilo; laurato de vinilo; estearato de vinilo; ésteres de ácido acrílico, metacrílico, maleico, fumárico o itacónico con alcohol decílico, dodecílico, tetradecílico, hexadecílico y octadecílico,
 - estireno; α -metilestireno; o-cloroestireno; acetato de vinilo; propionato de vinilo; n-butirato de vinilo; ésteres de ácido acrílico, metacrílico, maleico, fumárico o itacónico con alcohol metílico, etílico, n-butílico, isobutílico, n-hexílico y 2-etilhexílico; 1,3-butadieno; 2,3-dimetil-butadieno e isopreno,
 - ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, poli(óxido de alquileo), monoacrilatos y monometacrilatos, N-vinil-pirrolidona, ácido metacrílico y acrílico, acrilatos y metacrilatos de 2-hidroxi-etilo, acrilatos y metacrilatos de glicerol, poli(acrilatos y metacrilatos de etilenglicol), n-vinil-pirrolidona, acrilol-morfolina, vinil-formamida, n-vinil-acetamida y vinil-caprolactona, acrilonitrilo, acrilamida y metacrilamida a niveles de menos de 10% en peso del contenido de unidades monómeras de la partícula; metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de di-(dietilamino)etilo, metacrilato de 2-(terc-butilamino)etilo, metacrilato de 2-aminoetilo, metacrilato de 2-(2-oxo-1-imidazolidinil)etilo, vinil-piridina, vinil-carbazol, vinil-imidazol, vinil-anilina y sus formas catiónicas después de un tratamiento con haluros de alquileo,
 - viniltoluenos, divinil-benceno, diacrilato de etilenglicol, diacrilato de 1,2-propilenglicol, diacrilato de 1,3-propilenglicol, diacrilato de 1,3-butilenglicol, diacrilatos de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,2-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, dimetacrilato de 1,4-bu-

ES 2 325 889 T3

tilenglicol, divinilbenceno, metacrilato de vinilo, acrilato de vinilo, metacrilato de alilo, acrilato de alilo, maleato de dialilo, fumarato de dialilo, metilenobisacrilamida, acrilato de ciclopentadienilo y cianurato de trialilo.

5 10. Una partícula según la reivindicación 1, en la que el polímero comprende unidades monómeras, que son derivadas de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en acrilato de butilo, metacrilato de butilo, acrilato de hexilo, metacrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de dodecilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de octadecilo, metacrilato de octadecilo, estireno, acetato de vinilo y divinil-benceno o sus mezclas.

10 11. Una partícula según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene un tamaño de partículas de menos de 1 micrómetro, preferentemente de menos de 500 nm.

12. Un proceso para la preparación de partículas de polímero según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende la preparación de una miniemulsión.

15 13. Un proceso según la reivindicación 12, que comprende las etapas de:

- (a) preparación de una miniemulsión (que comprende monómeros, un perfume y un co-tensioactivo), y
- 20 (b) polimerización de la miniemulsión de la etapa (a) para formar partículas del núcleo de la miniemulsión, y
- (c) unión de un adyuvante de depósito alrededor de las partículas del núcleo de la etapa (b).

25 14. Un proceso según la reivindicación 12, que comprende las etapas de:

- (a) preparación de una miniemulsión (que comprende monómeros, un perfume y un co-tensioactivo),
- (b) polimerización de la miniemulsión de la etapa (a) para formar partículas del núcleo de la miniemulsión, y
- 30 (c) adición de monómeros de la corteza e iniciador de forma que se produzca la polimerización para formar una corteza alrededor de las partículas del núcleo de la etapa (b) y unión de un adyuvante de depósito alrededor de las partículas.

35 15. Un proceso según la reivindicación 13, que comprende las etapas de:

- (i) mezclar monómeros con un co-tensioactivo para formar una mezcla (y),
- 40 (ii) disolver al menos un tensioactivo en agua para formar una mezcla (z),
- (iii) combinar (y) y (z) y someterlos a un cizallamiento elevado para formar una miniemulsión,
- (iv) añadir un iniciador de forma que se produzca la polimerización para formar un núcleo, y
- 45 (v) añadir monómeros, un adyuvante de depósito e iniciadores a una velocidad tal que los monómeros se polimericen dando lugar a una corteza alrededor del núcleo, con la unión simultánea de un adyuvante de depósito en las partículas.

50 16. Un proceso según la reivindicación 14, que comprende las etapas de:

- (a) preparación de una miniemulsión (que comprende un polímero, un perfume, un co-tensioactivo y un disolvente volátil insoluble en agua),
- 55 (b) separación del disolvente volátil, y
- (c) adición de monómeros de la corteza e iniciador de forma que se produzca la polimerización para formar una corteza alrededor de las partículas del núcleo de la etapa (b),
- 60 en el que la unión de un adyuvante de depósito a las partículas se produce en la etapa (c).

65 17. Un proceso según la reivindicación 16, que comprende las etapas de:

- (i) disolver polímero y un perfume con un co-tensioactivo en un disolvente volátil insoluble en agua para formar una mezcla (m),

ES 2 325 889 T3

(ii) disolver al menos un tensioactivo en agua para formar una mezcla (n),

(iii) combinar (m) y (n) y someterlos a cizallamiento elevado para formar una miniemulsión,

5 (iv) separar el disolvente volátil, y

(v) añadir monómeros de corteza, un adyuvante de depósito e iniciadores a una velocidad tal que se polimericen los monómeros dando lugar a una corteza alrededor del núcleo, con la unión simultánea de un adyuvante de depósito en las partículas de polímero.

10

18. Una composición de tratamiento de lavandería, que comprende la partícula reivindicada en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

15 19. Uso de una composición de tratamiento de lavandería según la reivindicación 18, en el tratamiento de telas.

20. Uso según la reivindicación 19, en el que el uso proporciona una ventaja de depósito para el perfume sobre la tela.

20 21. Un método para tratar telas, que comprende poner en contacto la tela con una partícula de polímero de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

22. Uso de una partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el tratamiento de una tela para proporcionar una ventaja de depósito de perfume durante un proceso de lavandería.

25

23. Uso de una partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en la fabricación de una composición de tratamiento de lavandería para proporcionar una ventaja de depósito de perfume durante un proceso de lavandería.

24. Medio acuoso de lavado, que comprende de 0,05 a 1 gramo por litro de una partícula de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

30

35

40

45

50

55

60

65