



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 138**

51 Int. Cl.:
C11D 11/00 (2006.01)
C11D 1/83 (2006.01)
C11D 3/00 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
C11D 17/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07711534 .3**
96 Fecha de presentación : **13.02.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **1996690**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.12.2008**

54 Título: **Composición de tratamiento de tejido y proceso para la preparación de la misma.**

30 Prioridad: **18.03.2006 GB 0605512**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.10.2011

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

72 Inventor/es: **Menting, Rob y**
Ranade, Vidyadhar, Sudhir

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 366 138 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 tratamiento de tejido y proceso para la preparación de la misma

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para formar un producto de tratamiento de tejido que presenta una estabilidad mejorada. En particular, la invención se refiere a la producción de un producto de tratamiento de tejido que contiene una composición líquida sustancialmente no acuosa, que comprende menos del 20% en peso de agua, especialmente un producto en dosis unitaria.

Antecedentes de la invención

- 10 Los formatos de producto para composiciones de limpieza de tejido han incluido tradicionalmente líquidos (viscosos o diluidos), sólidos, tales como polvos, gránulos, pequeñas cápsulas o pastillas. Últimamente, los denominados productos en dosis unitaria están experimentando un éxito creciente entre los consumidores, porque eliminan la necesidad de manipular, y posiblemente derramar, líquidos o polvos y simplifican el uso de una dosis correcta del producto de limpieza para el fin requerido. Un ejemplo de este formato de producto es la cápsula de dosis unitaria líquida.
- 15 Las cápsulas de dosis unitaria líquida ofrecen al consumidor una manera conveniente para usar un detergente medido previamente con fines de lavado de ropa, por ejemplo, a modo de un embalaje soluble en agua que contiene una denominada composición detergente líquida no acuosa, disolviéndose el embalaje soluble en agua en el lavado para liberar la composición detergente en su interior. Tales productos proporcionan un formato de dosificación medido controlable. Evita la sobredosificación y como tal tiene beneficios medioambientales.
- 20 Los consumidores también están interesados en tener productos multiuso, por ejemplo, composiciones detergentes que no sólo limpian tejidos sino que también tienen un beneficio adicional. Un ejemplo de esto es una composición detergente que también acondiciona los tejidos.

Técnica anterior

- 25 Se conocen varias tecnologías que ofrecen un beneficio de este tipo, tal como el uso de arcillas, siliconas o polímeros catiónicos. El documento WO-A-2004/056958 (P&G) da a conocer una silicona catiónica o una goma guar modificada catiónica en una composición poco acuosa para proporcionar limpieza y suavizado. Una desventaja de estas composiciones es que los derivados de goma guar son difíciles de incorporar en formulaciones no acuosas que son ricas en tensioactivos. Cuando los formatos de producto no acuosos se formulan con altos niveles de polímeros catiónicos, los productos resultan ser inestables y se separan cuando están en reposo. Esto no es deseable en vista de las dificultades que implica el proceso de llenar bolsitas con una composición inestable, y también porque la separación de fases dentro de la bolsita tras la preparación conduciría a un producto que es antiestético para el consumidor. La separación de las fases del producto en dosis unitaria conduce a una dosificación no uniforme en el lavado y por tanto a un producto ineficaz que no es deseable para el consumidor.

- 35 El documento WO-A-2004/056958 también da a conocer los procesos usados para preparar tales composiciones no acuosas, mediante los que en primer lugar se prepara un sistema de limpieza de tejido combinando todos los componentes de limpieza de tejido, con una composición de suavizado de tejido preparada por separado y combinada después con el sistema de limpieza de tejido para formar el producto final.

- 40 Una formulación similar se esboza en un folleto de una serie de polímeros catiónicos de acondicionamiento comercializados por Amerchol, una filial de The Dow Chemical Company. Este folleto da a conocer la formulación con polímeros catiónicos y recomienda la formación de una disolución de premezcla de polímero catiónico en agua seguido por la adición de esta premezcla al tensioactivo.

Nuestra solicitud en tramitación junto con la presente WO-A-2004/069979 da a conocer composiciones de lavado de ropa que contienen polímeros catiónicos cargados que además de limpiar también proporcionan suavizado durante el lavado. Los polímeros preferidos son aquéllos que proceden de fuentes naturales, tales como la celulosa.

- 45 El documento WO 2004/056958 A da a conocer un producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria que comprende una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa contenida en una bolsa soluble en agua de un solo compartimento. El espacio interno de la bolsa contiene (A) un sistema de limpieza, y (B) un sistema de suavizado de tejido. El producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria se produce preparando por separado dicho sistema de limpieza de tejido y dicho sistema de suavizado de tejido y combinando después dichos sistemas.
- 50 Los procesos de dos partes dados a conocer por la técnica anterior son adecuados para formulaciones detergentes líquidas acuosas estables.

Sigue habiendo todavía la necesidad de composiciones en dosis unitaria no acuosas estables que ofrezcan una limpieza de tejido además de otros beneficios para el tejido tales como el acondicionamiento del tejido, y procesos para prepararlas. Además sigue habiendo la necesidad de la producción de composiciones en dosis unitaria no

acuosas que no sean altamente viscosas, de modo que los productos finales formulados puedan llenarse fácilmente.

Por consiguiente un objetivo de la invención es proporcionar un proceso para la producción de un producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria que comprende una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa en el que la composición de tratamiento de tejido muestre características favorables, incluyendo una estabilidad mejorada, mientras que ofrecen al consumidor uno o más beneficios para el tratamiento del tejido además de la limpieza del tejido.

Se ha encontrado ahora que esto puede conseguirse mediante el proceso que conduce al producto de la presente invención. En particular, se ha encontrado que pueden producirse formulaciones líquidas, poco viscosas, estables, que tienen una estabilidad mejorada y adecuadas para su uso en un formato de producto en dosis unitaria, mediante un proceso que comprende ciertas etapas secuenciales, relacionadas con el orden de adición de los componentes de la formulación.

Definición de la invención

Un primer aspecto de la invención proporciona un proceso para la preparación de una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que comprende no más del 20% en peso de agua, caracterizado porque el proceso comprende:

- a) proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional;
- b) mezclar la premezcla con al menos un tensioactivo aniónico; y
- c) añadir posteriormente un tensioactivo no iónico; en el que las etapas a) a c) se realizan secuencialmente.

Un segundo aspecto de la presente invención proporciona un proceso para la preparación de un producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria que comprende una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que comprende no más del 20% en peso de agua, caracterizado porque el proceso comprende:

- a) proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional;
- b) mezclar la premezcla con al menos un tensioactivo aniónico; y
- c) añadir posteriormente un tensioactivo no iónico,

en el que las etapas a) a c) se realizan secuencialmente, y en el que el proceso comprende además encapsular la composición de tratamiento de tejido no acuosa en un embalaje de dosis unitaria.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que comprende no más del 20% en peso de agua, caracterizado porque el proceso comprende:

- a) proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional;
- b) mezclar la premezcla con al menos un tensioactivo aniónico; y
- c) añadir posteriormente un tensioactivo no iónico;

en el que las etapas a) a c) se realizan secuencialmente.

Por el término secuencialmente, quiere decirse que las etapas de proceso a) a c) se realizan en el orden a), b) y después c). Esto no excluye que se incorporen etapas de proceso adicionales entre las etapas de proceso mencionadas anteriormente. Según la invención, también es posible incorporar otras etapas de proceso, o componentes adicionales, por ejemplo la incorporación de un disolvente adicional entre las etapas a) y b) o b) y c), siempre que las etapas a) a c) se realicen en el orden requerido.

El líquido no acuoso

Por "no acuoso" o "denominado no acuoso", quiere decirse que la cantidad de agua presente en la composición líquida está por debajo del nivel al que el embalaje se disolvería por el contacto con su contenido. La composición líquida de tratamiento de tejido comprende no más del 20%, preferiblemente no más del 15%, todavía más preferiblemente no más del 10%, en peso del producto total de agua.

La viscosidad de la composición líquida es de manera adecuada de al menos 25 mPaS pero no más de 10.000 mPaS. La viscosidad se mide en un reómetro Bohlin con una geometría cono-placa de 4°/40 a 25°C a una velocidad de cizallamiento de 21 s⁻¹.

El polímero celulósico catiónico

La expresión “polímero celulósico catiónico” se refiere a polímeros que tienen una estructura principal celulósica y una carga global positiva. La celulosa es un polisacárido con glucosa como su monómero, específicamente es un polímero de cadena lineal de unidades de D-glucopiranosas unidas mediante enlaces glicosídicos α -1,4 y es un polímero lineal, no ramificado. Los polímeros celulósicos catiónicos presentes en las composiciones de la invención tienen una estructura principal celulósica modificada, modificada porque grupos químicos adicionales se han hecho reaccionar con algunos de los grupos hidroxilo libres de la estructura principal celulósica para proporcionar una carga global positiva a la unidad monomérica celulósica modificada.

Una clase preferida de polímeros celulósicos catiónicos adecuados para esta invención son aquellos que tienen una estructura principal celulósica modificada para incorporar una sal de amonio cuaternario. Preferiblemente la sal de amonio cuaternario está unida a la estructura principal celulósica mediante un grupo hidroxietilo o hidroxipropilo. Preferiblemente el nitrógeno cargado de la sal de amonio cuaternario tiene uno o más sustituyentes de grupo alquilo. Los ejemplos típicos de polímeros celulósicos catiónicos preferidos incluyen hidroxipropiloxietilcelulosa de cocodimetilamonio, hidroxipropiloxietilcelulosa de laurildimetilamonio, hidroxipropiloxietilcelulosa de estearildimetilamonio e hidroxietilcelulosa de estearildimetilamonio; sal de 2-hidroxietil-2-hidroxi-3-(trimetilamonio)-propil éter de celulosa, policuaternio-4, policuaternio-10, policuaternio-24 y policuaternio-67 o mezclas de los mismos.

Más preferiblemente el polímero celulósico catiónico es policuaternio-10. Productos de polímero celulósico catiónico comerciales adecuados para su uso según la presente invención se comercializan por Amerchol Corporation, una filial de The Dow Chemical Company, bajo el nombre comercial polímero LR-400 de UCARE.

La expresión polímero celulósico catiónico puede incluir un único polímero o una mezcla de diferentes polímeros.

Puede usarse cualquier contraión adecuado con el polímero celulósico catiónico. Los contraiones preferidos para el polímero celulósico catiónico incluyen: los haluros (cloruro, bromuro y yoduro), hidróxido, fosfato, sulfato, hidrosulfato, sulfato de etilo, sulfato de metilo, formiato y acetato.

Muchos de los polímeros catiónicos mencionados anteriormente pueden sintetizarse en, y están disponibles comercialmente en, varios pesos moleculares diferentes. Con el fin de conseguir un rendimiento de limpieza y suavizado óptimo a partir del producto, es deseable que el polímero celulósico catiónico usado en esta invención sea de un peso molecular apropiado. Sin querer restringirse a la teoría, se cree que los polímeros que tienen una masa demasiado elevada pueden atrapar suciedad e impiden que se elimine. El uso de polímeros catiónicos con un peso molecular promedio inferior a aproximadamente 850.000 Daltons, y especialmente aquellos con un peso molecular promedio inferior a 500.000 Daltons puede ayudar a minimizar este efecto sin reducir significativamente el rendimiento de suavizado de los productos formulados de manera apropiada. Por otro lado, se cree que los polímeros con un peso molecular de aproximadamente 10.000 Daltons o inferior son demasiado pequeños para proporcionar un beneficio de suavizado eficaz.

35 Provisión de la premezcla de polímero celulósico catiónico

Según la invención, se proporciona una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional. Preferiblemente la premezcla comprende un polímero celulósico catiónico, agua y uno o más disolventes adicionales. El polímero celulósico catiónico debe estar presente en la premezcla resultante en un estado disuelto. Un estado disuelto se define en el presente documento como que el polímero elegido es soluble en un grado de al menos 90% en peso del polímero en la mezcla de agua/disolvente o agua elegida a 25°C. El disolvente para la disolución del polímero celulósico catiónico puede ser agua sola, o agua en combinación con uno o más de otros disolventes siempre que la combinación disuelva el polímero y que el nivel de agua de la composición detergente formulada final sea suficientemente bajo como para no interferir con la integridad del embalaje soluble en agua. Agua adicional u otro(s) disolvente(s) pueden añadirse en cualquier momento durante el proceso, siempre que la cantidad total de agua esté de acuerdo con la expresión “no acuosa” tal como se define en el presente documento. La cantidad total de disolvente en el detergente de tejido líquido puede añadirse como una porción para formar la premezcla, o dividirse en numerosas porciones que van a añadirse durante el proceso. Para proporcionar la premezcla de polímero el polímero celulósico catiónico puede añadirse como un sólido. Un ejemplo de esto es la adición de polímero en forma de polvo o forma de gránulos. Alternativamente para facilitar la dosificación del polímero en un proceso a gran escala, el polímero puede añadirse como una dispersión en un no disolvente (en el que el polímero no es soluble). Esto puede entenderse como una adición de una suspensión del polímero celulósico catiónico.

Disolvente

Además de agua, las composiciones de tratamiento de tejido líquidas no acuosas de la invención comprenden uno o más disolventes adicionales. Tal como se indicó anteriormente, la premezcla de polímero celulósico catiónico comprende el polímero, agua y un disolvente opcional. Preferiblemente la premezcla comprende un polímero, agua y un disolvente ya que esto facilita tener una mayor cantidad del polímero presente en la premezcla. Dependiendo del nivel de polímero requerida en la composición, es posible disolver una cantidad de polímero celulósico catiónico en

agua sola, con o sin la ayuda de calentamiento, y después, más adelante en el proceso, añadir un disolvente adecuado para reducir la cantidad total de agua en la composición hasta un nivel que puede clasificarse como no acuoso tal como se mencionó anteriormente en el presente documento. Tales disolventes adecuados son miscibles con agua. Los disolventes adecuados incluyen alcoholes, éteres, poliéteres, polioles, alquilaminas, alcanolaminas y aminas grasas, alquilamidas (o amidas grasas) y derivados mono y di-N-alkilsustituídos de las mismas, ésteres de alquilo inferior de ácido alquilcarboxílico (o ácido carboxílico graso), cetonas, aldehídos, glicéridos y tensioactivos no iónicos tales como alcoholes alcoxilados o mezclas de los mismos. Los disolventes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en pentanodíoles, butanodíoles, propanodíoles, tales como 1,3-propanodiol, alcanolaminas, dialquil éteres, polietilenglicoles, alquilcetonas (tal como acetona) y trialkilcarboxilatos de glicerilo (tal como triacetato de glicerilo), glicerol y sorbitol o mezclas de los mismos. Disolventes incluso más preferidos son butanodíoles, propanodíoles o una mezcla de los mismos. El disolvente más preferido para su uso en la composición de la presente invención es monopropilenglicol (MPG).

Preferiblemente, el disolvente está presente en la composición líquida en una cantidad de al menos el 10% en peso, más preferiblemente desde el 15% hasta el 50% en peso.

15 Actividad de agua de la premezcla

La expresión “actividad de agua” describe la cantidad de agua en equilibrio disponible para la hidratación de los materiales a una cierta temperatura. Numerosos dispositivos pueden medir este parámetro directamente, aunque algunos dispositivos miden un parámetro denominado humedad relativa en equilibrio (%ERH). La actividad de agua (habitualmente dado el parámetro A_w) está relacionada con la humedad relativa en equilibrio (%ERH) mediante la ecuación

$$\%ERH = 100 \times A_w$$

Un valor para la actividad de agua de 1 indica agua pura, mientras que cero indica la ausencia total de agua.

La actividad de agua de una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico y agua será diferente de la de una premezcla que comprende un polímero, agua y un disolvente. Cuando se proporciona una premezcla que comprende un polímero, agua y un disolvente, entonces preferiblemente la actividad de agua de la premezcla es de desde 0,2 hasta 0,7, más preferiblemente desde 0,3 hasta 0,7.

Los valores de actividad de agua que pertenecen a la invención y mencionados en el presente documento se miden a una temperatura de 20°C a menos que se indique lo contrario, y se miden fácilmente mediante numerosos dispositivos de medición de actividad de agua, uno de cuyos ejemplos es el HygroPalm AW que puede obtenerse de Rototronic AG de Suiza.

30 Calentamiento opcional de la premezcla

El proceso de la invención requiere proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional. El polímero celulósico catiónico está presente en la premezcla en un estado disuelto tal como se definió anteriormente en el presente documento. Para facilitar la formación de la premezcla que comprende el polímero celulósico catiónico en un estado disuelto, los componentes de la premezcla pueden añadirse conjuntamente y la mezcla resultante calentarse hasta una temperatura de hasta 70°C. Preferiblemente la temperatura es de desde 25°C hasta 60°C, más preferiblemente la temperatura es de desde 35°C hasta 55°C. Alternativamente, el agua, el disolvente o la mezcla de agua y disolvente puede calentarse antes de la adición del polímero celulósico catiónico para facilitar la incorporación del polímero en una forma disuelta final hasta los intervalos de temperatura citados anteriormente. La temperatura resultante de la premezcla proporcionada es de hasta 70°C.

Tensioactivos

Éstos pueden estar en forma líquida o como un sólido disuelto o dispersado en la composición líquida sustancialmente no acuosa.

45 Tensioactivo aniónico

El tensioactivo aniónico de la etapa b) del proceso mencionado anteriormente de la invención se añade a la premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y opcionalmente el disolvente de la etapa a) del proceso. Si la propia premezcla, o cualquier componente que constituye la premezcla se han calentado para facilitar la disolución del polímero celulósico catiónico, entonces el tensioactivo aniónico se añade preferiblemente cuando la premezcla está a temperatura ambiente. El tensioactivo aniónico según la presente invención puede ser un solo tensioactivo aniónico o una mezcla de tensioactivos aniónicos. La adición de tensioactivo aniónico a la premezcla a temperatura ambiente puede resultar importante cuando el tensioactivo aniónico se produce *in situ* mediante la adición de un ácido y una base como dos componentes a la premezcla. Esto se debe a que esta reacción de neutralización será generalmente exotérmica, produciendo calor, lo que puede ser necesario controlar.

5 El proceso de la invención requiere que se añada al menos un tensioactivo aniónico a la premezcla de polímero celulósico catiónico antes de la adición de tensioactivo no iónico. Es posible añadir un tensioactivo aniónico de este tipo a la premezcla y añadir otro tensioactivo aniónico posteriormente en el proceso. También es posible añadir el tensioactivo aniónico en dos o más porciones en momentos diferentes siempre que al menos un tensioactivo aniónico se añada a la premezcla de polímero celulósico catiónico antes de la adición de tensioactivo no iónico.

10 El tensioactivo aniónico puede añadirse preformado con la premezcla de polímero celulósico catiónico, o puede prepararse *in situ*. Por *in situ*, quiere decirse que un componente del tensioactivo aniónico se añade en primer lugar, luego se añade el segundo componente, formando los componentes añadidos entonces el tensioactivo aniónico al reaccionar entre sí. Cuando el tensioactivo aniónico se prepara *in situ*, preferiblemente la especie contracatiónica (la especie neutralizante para la especie aniónica) se añade a la premezcla antes de añadir el componente aniónico. Preferiblemente la especie neutralizante es de naturaleza orgánica. Un ejemplo ilustrativo es añadir la forma ácida de un tensioactivo aniónico (ácido LAS) y neutralizarla *in situ* con una base. En este caso, es preferible añadir la base (la especie contracatiónica) a la premezcla en primer lugar, y luego añadir la forma ácida del tensioactivo aniónico.

15 Tensioactivos aniónicos preferidos son los materiales de alquilbencenosulfonato (LAS). Tales tensioactivos y su preparación se describen por ejemplo en las patente estadounidenses 2.220.099 y 2.477.383, incorporadas al presente documento como referencia. Particularmente se prefieren los alquilbencenosulfonatos de cadena lineal de sodio, potasio y mono, di o trietanolamonio en los que el número de átomos de carbono promedio en el grupo alquilo es de desde aproximadamente 11 hasta 14, prefiriéndose especialmente las sales de mono, di o trietanolamonio.

20 Se prefiere especialmente la sal de monoetanolamonio de LAS C11-C14, por ejemplo, C12. Los tensioactivos aniónicos preferidos incluyen los tensioactivos de sulfato de alquilo siendo en el presente documento sales solubles en agua o ácidos de fórmula ROSO₃M en la que R es preferiblemente un hidrocarbilo C10-C24, preferiblemente un alquilo o hidroxialquilo que tiene un componente alquilo C10-C18, más preferiblemente un alquilo o hidroxialquilo C12-C15, y M es H o a catión, por ejemplo, un catión de metal alcalino (por ejemplo sodio, potasio, litio), o amonio o amonio sustituido, especialmente mono, di, o trietanolamonio.

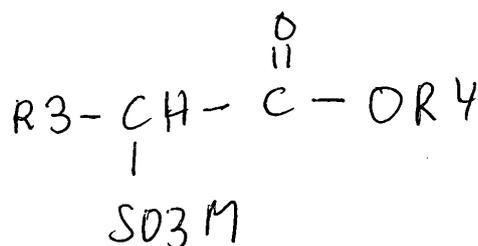
30 Los tensioactivos aniónicos preferidos incluyen tensioactivos de sulfato de alquilo alcoxilado siendo en el presente documento sales solubles en agua o ácidos de fórmula RO(A) mSO₃M en la que R es un grupo alquilo o hidroxialquilo C10-C24 no sustituido que tiene un componente alquilo C10-C24, preferiblemente un alquilo o hidroxialquilo C12-C18, más preferiblemente alquilo o hidroxialquilo C12-C15, A es una unidad etoxi o propoxi, m es mayor que cero, normalmente entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 6, más preferiblemente entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 3, y M es H o un catión que puede ser, por ejemplo, un catión de metal (por ejemplo, sodio; potasio, litio, calcio, magnesio, etc.), un catión amonio o amonio sustituido tal como mono, di o trietanolamonio.

35 Los sulfatos de alquilo etoxilado así como los sulfatos de alquilo propoxilados se contemplan en el presente documento. Los ejemplos específicos de cationes amonio sustituido incluyen cationes amonio cuaternario tales como cationes tetrametilamonio y dimetilpiperidinio. Tensioactivos a modo de ejemplo son polietoxilato (1,0)-sulfato de alquilo C12-C15 (C12-C15E(1,0)M), polietoxilato (2,25)-sulfato de alquilo C12-C15 (C12-C15E (2,25) M), polietoxilato (3,0)-sulfato de alquilo C12-C15 (C12-C15E (3,0) M) y polietoxilato (4,0)-sulfato de alquilo C12-C15 (C12-C15E(4,0)M), en los que M se selecciona convenientemente de sodio, potasio y mono, di o trietanolamonio.

40 Una clase preferida de tensioactivos aniónicos comprende alquilbencenos, ácidos sulfónicos o las sales alcalinas de los mismos, mediante lo cual los alquilbencenos se alquilan usando HF como catalizador de alquilación.

45 Otros tensioactivos aniónicos adecuados para su uso son los tensioactivos de sulfonato de éster alquílico que incluyen ésteres lineales de ácidos carboxílicos C8-C20 (es decir, ácidos grasos) que se sulfonan con SO₃ gaseoso según "The Journal of the American Oil Chemists Society", 52 (1975), págs. 323-329. Los materiales de partida adecuados incluirán sustancias grasas naturales tal como se derivan de sebo, aceite de palma, etc.

El tensioactivo de sulfonato de éster alquílico preferido comprende tensioactivos de sulfonato de éster alquílico de fórmula estructural:



en la que R₃ es un hidrocarbilo C8-C20, preferiblemente un alquilo, o combinación de los mismos, R₄ es un

hidrocarbilo C1-C6, preferiblemente un alquilo, o combinación de los mismos, y M es un catión que forma una sal soluble en agua con el sulfonato de éster alquílico. Los cationes que forman sales adecuados incluyen metales tales como sodio, potasio, y litio, y cationes amonio sustituido o no sustituido tales como mono, di o trietanolamónio. Preferiblemente, R3 es alquilo C10-C16, y R4 es metilo, etilo o isopropilo.

- 5 Se prefieren especialmente los sulfonatos de éster metílico en los que R3 es alquilo C10-C16.

Otros tensioactivos aniónicos útiles para fines detergentes también pueden incluirse en las composiciones de lavado de ropa detergentes de la presente invención.

- 10 Éstos pueden incluir sales, por ejemplo, sales de sodio, potasio, amonio y amonio sustituido (tales como sales de mono, di y trietanolamina) de jabón, alquilbencenosulfonatos lineales C9-C20, alcanosulfonatos primarios o secundarios C8-C22, olefinsulfonatos C8-C24, ácidos policarboxílicos sulfonados preparados mediante la sulfonación del producto pirolizado de citratos de metales alcalinotérreos, por ejemplo, tal como se describe en la memoria descriptiva de la patente británica n.º 1.082.179, alquilpoliglicol étersulfatos C8-C24 (que contienen hasta 10 moles de óxido de etileno); sulfonatos de alquilglicerol, sulfonatos de acilglicerol grasos, sulfatos de oleilglicerol grasos, étersulfatos de alquilfenol-óxido de etileno, sulfonatos de parafina, fosfatos de alquilo, isetionatos tales como 15 los isetionatos de acilo, tauratos de N-acilo, succinatos de alquilo y sulfosuccinatos, monoésteres de sulfosuccinatos (especialmente monoésteres C12-C18 saturados e insaturados) y diésteres de sulfosuccinatos (especialmente diésteres C6-C12 saturados e insaturados), sulfatos de alquilpolisacáridos tales como los sulfatos de alquilpoliglucósido (describiéndose los compuestos no sulfatados no iónicos más adelante), y polietoxicarboxilatos de alquilo tales como los de fórmula $RO(CH_2CH_2O)_k-CH_2COO-M^+$ en la que R es un alquilo C8-C22, k es un 20 número entero de desde 1 hasta 10, y M es un catión que forma sales solubles. Los ácidos de resina y ácidos de resina hidrogenada también son adecuados, tal como colofonia, colofonia hidrogenada, y adiciones de resina y ácidos de resina hidrogenada presentes en o derivados de aceite de bogol.

- 25 Ejemplos adicionales se describen en "Surface Active Agents and Detergents" (Vol. I y 11 de Schwartz, Perry y Berch). Una variedad de tales tensioactivos también se da a conocer de manera general en la patente estadounidense 3.929.678, concedida el 30 de diciembre de 1975 a Laughn, *et al.* en de la columna 23, línea 58 a la columna 29, línea 23.

Cuando se incluye en las mismas, las composiciones líquidas de la presente invención comprenden normalmente desde aproximadamente el 1% hasta aproximadamente el 40%, preferiblemente desde aproximadamente el 10% hasta aproximadamente el 25% en peso de tales tensioactivos aniónicos.

- 30 Cuando estén presentes, los tensioactivos aniónicos pueden incorporarse en forma neutralizada y/o de ácido libre.

Ácidos grasos

- 35 La composición líquida de la invención también puede comprender ácidos grasos como componente de tensioactivo aniónico. Los ejemplos de adiciones grasas adecuadas para su uso en la presente invención incluyen ácidos grasos puros o endurecidos derivados de ácido palmitoleico, de cártamo, de girasol, de soja, oleico, linoleico, linoléico, ricinoleico, de colza o mezclas de los mismos. También pueden usarse mezclas de ácidos grasos saturados e insaturados en el presente documento.

Se reconocerá que el ácido graso estará presente en la composición detergente líquida principalmente en forma de un jabón. Los cationes adecuados incluyen cationes sodio, potasio, amonio, monoetanolamónio, dietanolamónio, trietanolamónio, tetraalquilamónio, por ejemplo, desde tetrametilamónio hasta tetradecilamónio etc.

- 40 La cantidad de ácido graso variará dependiendo de las características particulares deseadas en la composición líquida final de la invención.

Cuando esté presente, el nivel de la mezcla de ácidos grasos es de manera adecuada de desde el 0,1% hasta el 30%, preferiblemente desde el 0,5% hasta el 25%, más preferiblemente del 10-20% en peso de la composición detergente.

- 45 Preferiblemente el porcentaje en peso total de tensioactivo aniónico o mezcla de tensioactivo aniónico es de desde el 2 hasta el 70% en peso de la composición total.

Tensioactivo no iónico

- 50 El tensioactivo no iónico se añade en la etapa c) del proceso según la invención en una etapa posterior tras la etapa b), que es el mezclado de la premezcla de polímero catiónico con al menos un tensioactivo aniónico. El tensioactivo no iónico puede añadirse en cualquier momento tras la etapa b) del proceso de la invención. Puede añadirse directamente tras el tensioactivo aniónico o en una fase posterior tras otros componentes adicionales. El tensioactivo no iónico según la presente invención puede ser un solo tensioactivo no iónico o una mezcla de tales tensioactivos. Los tensioactivos detergentes no iónicos son muy conocidos en la técnica. Normalmente consiste en un polialcoxileno de solubilización en agua o un grupo mono o dialcanolamida en combinación química con un grupo

hidrófobo orgánico derivado, por ejemplo, de alquilfenoles en los que el grupo alquilo contiene desde aproximadamente 6 hasta aproximadamente 12 átomos de carbono, dialquilfenoles en los que alcoholes alifáticos primarios, secundarios o terciarios (o derivados con los extremos ocupados con alquilo de los mismos) tienen preferiblemente desde 8 hasta 20 átomos de carbono, ácidos monocarboxílicos que tienen desde 10 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono en el grupo alquilo y polioxipropileno. También son comunes las mono y dialcanolamidas de ácido graso en las que el grupo alquilo del radical ácido graso contiene desde 10 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono y teniendo el grupo alquilo desde 1 hasta 3 átomos de carbono. En cualquiera de los derivados de mono y dialcanolamida, opcionalmente, puede haber un resto polioxialquilo que une estos últimos grupos y la parte hidrófoba de la molécula. En todos los tensioactivos que contienen polialcoxileno, el resto polialcoxileno consiste preferiblemente en desde 2 hasta 20 grupos de óxido de etileno o grupos de óxido de etileno y óxido de propileno. Entre la última clase, se prefieren particularmente los descritos en la memoria descriptiva europea EP-A-225.654. También se prefieren aquellos compuestos no iónicos etoxilados que son los productos de condensación de alcoholes grasos con desde 9 hasta 15 átomos de carbono condensados con desde 3 hasta 11 moles de óxido de etileno. Ejemplos de éstos son los productos de condensación de alcoholes C₁₁₋₁₃ con (por ejemplo) 3 ó 7 moles de óxido de etileno. Éstos pueden usarse como los únicos tensioactivos no iónicos o en combinación con los descritos en la memoria descriptiva europea mencionada en último lugar. Estos compuestos no iónicos también pueden usarse como material disolvente.

Preferiblemente, el tensioactivo no iónico se selecciona del grupo que consiste en etoxilatos de alcoholes grasos, etoxilatos de alquilfenol, polímeros de bloque de óxido de etileno/óxido de propileno y mezclas de los mismos.

Preferiblemente el tensioactivo no iónico o mezcla de los mismos está presente en la composición a un nivel de desde el 2 hasta el 50% en peso de la composición total.

Razón de niveles de tensioactivo no iónico con respecto al total

Debido a la variedad de los posibles porcentajes de tensioactivos presentes en los detergentes de tratamiento de tejido, se entiende que el experto puede ajustar el nivel de tensioactivos para cubrir la necesidad deseada en cada caso individual. Esto es especialmente cierto en los casos en los que se necesita una cierta viscosidad del detergente. Sin embargo, según el proceso de la presente invención, el tensioactivo no iónico está presente a un nivel del 5% o superior, en peso de tensioactivo total presente en la composición, preferiblemente el nivel de tensioactivo no iónico es de hasta el 80% del tensioactivo total presente en peso. A "en peso de tensioactivo total" se le proporciona en el presente documento la definición del peso de la cantidad total de tensioactivo aniónico + el peso total de tensioactivo no iónico. Cuando el tensioactivo aniónico se produce *in situ*, el "tensioactivo total" sería el componente de ácido del tensioactivo aniónico + el componente de base del tensioactivo aniónico + tensioactivo no iónico

Viscosidad de los productos

La viscosidad de los productos se midió en un reómetro Bohlin con una geometría cono-placa de 4°/40 a 25°C, a una velocidad de cizallamiento de 21 s⁻¹. Tal como se indicó anteriormente, las formulaciones que son altamente viscosas puede suponer un problema cuando se procede al llenado del producto final. Por este motivo, se prefieren los productos que pueden presentar una menor viscosidad. Una viscosidad preferida para productos de formulación es 600 mPa.s medida a 25°C 21 ¹/_s.

Los productos preparados según esta invención presentan una estabilidad mejorada, definida en el presente documento como no presentar ningún signo de separación de fases o formación de precipitados tras 1 semana cuando se almacenan a temperatura ambiente.

Adicionalmente mediante la presente invención se proporciona un producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria que comprende una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que puede obtenerse mediante el proceso esbozado en la solicitud.

Este producto presenta una estabilidad mejorada. Se considera que un producto presenta una estabilidad mejorada tal como se define en el presente documento cuando tras 1 semana a temperatura ambiente no presenta ningún signo de separación de fases o formación de precipitados.

Componentes opcionales

El tratamiento de tejido líquido no acuoso comprendido en la cápsula/bolsita de dosis unitaria puede opcionalmente comprender adicionalmente uno o más componentes seleccionados de adyuvantes, (polímeros adicionales), fluorescentes, enzimas, agentes de control de espuma de silicona, perfumes, tintes, blanqueadores y conservantes. Algunos de estos materiales serán sólidos que son insolubles en el medio líquido sustancialmente no acuoso. En ese caso, se dispersarán en el medio líquido sustancialmente no acuoso y pueden desflocularse por medio de uno o más componentes ácidos tales como los seleccionados de ácidos inorgánicos, precursores de ácidos de tensioactivo aniónico y ácidos de Lewis, tal como se dan a conocer en el documento EP-A-266.199.

Aunque no es necesario que estos elementos estén presentes con el fin de poner en práctica la invención, el uso de

tales materiales es a menudo muy útil para convertir la formulación en aceptable para el uso de los consumidores.

Dosis unitaria líquida

Una composición de tratamiento de tejido en dosis unitaria líquida está constituida por un material de embalaje que encapsula una dosis fija de composición de limpieza líquida. La cantidad de esta composición de limpieza líquida en el embalaje, es decir el volumen de dosis unitaria, puede ser por ejemplo de desde 10 ml hasta 100 ml, por ejemplo desde 12,5 ml hasta 75 ml, preferiblemente desde 15 ml hasta 60 ml, más preferiblemente desde 20 ml hasta 55 ml. La composición líquida sustancialmente no acuosa proporciona de manera eficaz una función de limpieza cuando se libera en el baño de lavado. La composición de tratamiento de tejido en dosis unitaria líquida puede adoptar diversas formas de producto, por ejemplo una cápsula o bolsita.

10 Materiales de embalaje de la dosis unitaria líquida

El material de embalaje de la composición en dosis unitaria debe cumplir el papel de un material de encapsulación estable para mantener la integridad de todo el producto, mientras es también un material que se disolverá o dispensará de otro modo la composición de limpieza contenida en su interior a temperaturas asociados con las condiciones de lavado de ropa. Para los fines de la presente invención, que se refiere a una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa, el material de encapsulación puede ser un embalaje soluble en agua formado a partir de una película soluble en agua.

La película soluble en agua comprende de manera eficaz un polímero soluble en agua. Tal como se usa en el presente documento, la expresión "polímero soluble en agua" se refiere a un polímero que se disuelve y/o se dispensa completamente en agua en el plazo de 30 minutos con agitación, por ejemplo por medio de la mano, una varilla u otro agitador o con la acción de una lavadora mecánica y a una temperatura relevante. Una "temperatura relevante" es una a la que el consumidor tendrá que disolver o dispersar el componente de polímero al inicio de, o durante un proceso de limpieza. Debe considerarse que un polímero se disuelve o dispersa a una "temperatura relevante" si lo hace en las condiciones mencionadas anteriormente a una temperatura en cualquier punto en el intervalo de desde 20°C hasta 60°C.

Los polímeros solubles en agua preferidos son aquéllos que pueden colarse para dar una película o una masa sólida y puede ser por ejemplo tal como se describen en Davidson y Sittig, Water-Soluble Resins, Van Nostrand Reinhold Company, Nueva York (1968). El polímero soluble en agua debe tener características de este tipo, tales como resistencia y capacidad de sellado con calor, para permitir la manipulación en máquina durante los procesos de preparación del embalaje soluble en agua. Las resinas solubles en agua preferidas incluyen poli(alcohol vinílico) y copolímeros del mismo, éteres de celulosa, polióxido de etileno, polivinilpirrolidona, poli(anhídrido maleico) y copolímeros del mismo, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, acrilamida y copolímeros de la misma, polietilenimina, etilhidroxietilcelulosa, etilmetilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa. En este contexto, se indica que los copolímeros pueden estar constituidos por 2 o más tipos de monómeros.

Las resinas formadoras de película de poli(alcohol vinílico) solubles en agua son las más preferidas para su uso en el material de embalaje del producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria.

Los poli(alcoholes vinílicos) (PVA) preferidos para su uso en el presente documento tienen un peso molecular promedio en cualquier punto entre 1.000 y 100.000, preferiblemente entre 5.000 y 250.000, por ejemplo entre 15.000 y 150.000. La hidrólisis, o alcoholisis, se define como el porcentaje de finalización de la reacción en la que los grupos acetato en la resina se sustituyen con grupos hidroxilo, -OH. Se prefiere un intervalo de hidrólisis del 60-99% de resina formadora de película de poli(alcohol vinílico), mientras que un intervalo más preferido de hidrólisis es de aproximadamente el 70-90% para resinas formadoras de película de poli(alcohol vinílico) solubles en agua. El intervalo de hidrólisis más preferido es el 80-89%. Tal como se usa en esta solicitud, el término "poli(alcohol vinílico)" incluye compuestos de poli(acetato de vinilo) con los niveles de hidrólisis dados a conocer en el presente documento. La película de resina soluble en agua debe formularse para disolverse de manera sustancialmente completa en agua a 50°C con agitación en el plazo de aproximadamente 30 minutos, preferiblemente en el plazo de aproximadamente 15 minutos en agua a 50°C con agitación, y lo más preferiblemente en el plazo de aproximadamente 5 minutos en agua a 50°C con agitación.

Películas de PVA adecuadas para su uso en un embalaje según la invención están disponibles comercialmente y se describen, por ejemplo, en el documento EP-B-291.198. Las películas de PVA para su uso en un embalaje según la invención pueden prepararse mediante la copolimerización de acetato de vinilo y un monómero que contiene carboxilato (por ejemplo éster de ácido y ácido acrílico, maleico o itacónico), seguido por una hidrólisis parcial (por ejemplo de hasta aproximadamente el 90%) con hidróxido de sodio.

También pueden prepararse películas solubles en agua adecuadas a partir de combinaciones de dos o más polímeros/copolímeros tal como se mencionó anteriormente, y que tienen diferentes composiciones o pesos moleculares.

La película soluble en agua puede comprender además los siguientes componentes minoritarios: agentes antibloqueo, tales como silicio, cargas (por ejemplo almidón y talco), colorantes, agentes de liberación y

tensioactivos.

5 Hablando en general, la película soluble en agua de la invención incorpora un sistema de plastificante que contiene uno o más plastificantes. Los plastificantes adecuados para su uso películas a base de PVA tienen grupos -OH en común con la cadena de polímero -CH₂-CH(OH)-CH₂-CH(OH)- del polímero de la película. Su modo de funcionalidad es introducir puentes de hidrógeno de cadena corta con los grupos hidroxilo de cadena y debilitar así las interacciones de cadena adyacentes lo que inhibe el hinchamiento de la masa polimérica agregada – la primera fase de la disolución de la película.

10 La propia agua es un plastificante adecuado para cualquiera de las películas citadas en el presente documento. Otros plastificantes adecuados se seleccionan del grupo que consiste en pentanodíoles, butanodíoles, propanodíoles, glicerol, trimetilolpropano, sorbitol, dietilenglicol, trietilenglicol y dipropilenglicol. El sistema de plastificante puede incluir de manera adecuada un material plastificante que sea el mismo compuesto químico que cualquier disolvente en la composición líquida. Además, dicho material plastificante puede ser eficazmente el plastificante principal en la película.

15 La cantidad total de plastificante en la película (es decir por unidad de peso de la película) puede variar considerablemente según el tipo de película y el tipo de plastificante. Puede estar por ejemplo en el intervalo de desde el 0,1% hasta el 50%, por ejemplo del 10% al 45%, tal como del 20% al 40% en peso. En las películas a base de PVA que se usan preferiblemente en la presente invención, el sistema de plastificante está presente de manera deseable en una cantidad total superior al 10% en peso.

Métodos de encapsulación

20 (a) Conformación-llenado-sellado horizontal

Las películas solubles en agua a base de PVA pueden prepararse según cualquiera de los métodos de conformación-llenado-sellado horizontal descritos en cualquiera de los documentos WO-A-00/55044, WO-A-00/55045, WO-A-00/55046, WO-A-00/55068, WO-A-00/55069 y WO-A-00/55415.

25 Durante las etapas de conformación, llenado y sellado de este proceso, puede ser deseable mantener la humedad relativa a un nivel razonable. Esto se realiza para mantener las características de sellado con calor de la película. Cuando se manipulan películas más delgadas, puede ser necesario reducir la humedad relativa para garantizar que las películas tengan un grado relativamente bajo de plastificación y sean por tanto más rígidas y fáciles de manipular.

(b) Conformación-llenado-sellado vertical

30 En la técnica de conformación-llenado-sellado vertical (VFFS), se extruye un tubo continuo de película de plástico flexible. Se sella, preferiblemente mediante sellado con calor o ultrasónico, en la parte inferior, se llena con la composición líquida, se sella de nuevo por encima de la película líquida y después se separa del tubo continuo, por ejemplo mediante corte.

(c) Conformación-llenado-sellado rotatorio

35 Alternativamente, puede usarse una técnica de conformación-llenado-sellado rotatorio. En esta técnica, la conformación, el llenado y el sellado de los embalajes solubles en agua se lleva a cabo usando un tambor rotatorio que tiene cavidades o rebajes conformados en su superficie curvada.

40 En lugar del sellado con calor tal como se describió anteriormente, puede aplicarse sellado con disolvente, sellado ultrasónico o cualquier otro tipo de sellado conocido en la técnica para producir el embalaje de la presente invención. Cuando se usa sellado con disolvente y la película contiene PVA, preferiblemente se usa una disolución acuosa o agua como disolvente.

Ejemplos

45 La invención se ilustrará ahora mediante los siguientes ejemplos no limitantes. Los ejemplos comparativos se designan mediante letras, mientras que los ejemplos de la invención se designan mediante números. Los componentes se añadieron en el orden indicado en la tabla, a menos que se indique lo contrario. Los pesos en la tabla se indican como porcentajes en peso basados en la composición total, de un total del 100% en peso para la formulación total. A continuación se indica una lista de componentes usados con las fuentes, junto con explicaciones de los acrónimos usados en las tablas:

- Polímero celulósico catiónico: Polímero LR-400 Dow de UCARE
- Disolventes: Monopropilenglicol industrial (MPG) (1,2-propanodiol) de Vos B.V; y glicerina S.G. 1,26 (glicerol) (1,2,3-propanotriol) Chemproha Chemiepartner
- Tensioactivos aniónicos: Alquilbencilsulfonato lineal (LAS) – producción propia. 97,1% de materia activa; y Prifac 5908 de Uniqema GMBH & Co KG
- Tensioactivo no iónico: Neodol 25-7E de Shell Chemicals UK Ltd
- Componentes opcionales: (MEA) Monoetanolamina pura (2-aminoetanol) de BASF
- Componentes minoritarios: (Secuestrante) Dequest 2046 disolución acuosa al 31% de Solutia Europe SA/NV

Los componentes añadidos bajo el encabezado “componentes minoritarios” generalmente se refieren a otros componentes opcionales tales como perfume y secuestrante.

Estabilidad

- 5 Una formulación se considerará “estable” cuando tras 1 semana a temperatura ambiente no presente ningún signo de separación de fases o formación de precipitados.

Ejemplos comparativos

Ejemplo A - Preparación de formulación detergente no acuosa sin ningún polímero de suavizado celulósico catiónico

- 10 Para preparar esta formulación se añadieron los componentes en el orden indicado en la tabla. La formulación se preparó en un vaso de precipitados. El contenido del vaso de precipitados se mezcló usando un agitador superior. Se usó un baño de hielo/agua caliente para controlar la temperatura del contenido del vaso de precipitados porque el tensioactivo aniónico se preparó *in situ* y la reacción de neutralización produce calor. En este caso se añadió en primer lugar la base (MEA), es decir la especie contracatiónica del tensioactivo aniónico. La cantidad total de ácido LAS se añadió en dos porciones con el fin de controlar la temperatura entre los 30°C y los 45°C durante la
- 15 preparación del tensioactivo aniónico. Los componentes minoritarios se añadieron en condiciones ambientales.

Tabla 1 - Formulación comparativa A sin ningún polímero de suavizado celulósico catiónico

Formulación	Formulación A
Mezcla de tensioactivos	
Neodol 25-7E	20,2%
MPG	20,2%
Glicerina 1,26	2,9%
Monoetanolamina	9,7%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	6,9%
Prifac 5908	17,2%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	13,8%
Componentes minoritarios	
Secuestrante Dequest 2046 (tal como se recibió)	3,2%
Otros componentes minoritarios incl. perfume	2,9%
Agua	2,9%
Total	100%
Estabilidad	Estable

Ejemplo B - Preparación de formulación detergente no acuosa con un polímero de suavizado celulósico catiónico mediante la simple adición del polímero

5 Para fines comparativos, se probaron dos formulaciones en las que el polímero celulósico catiónico se incorporó en dos fases diferentes en la preparación de la formulación no acuosa. Por ejemplo B1, se añadió el polvo de polímero LR-400 (el polímero celulósico catiónico) tras preparar toda la formulación y por ejemplo B2, se añadió el polímero tras preparar la mezcla de tensioactivos, es decir, antes de añadir los minoritarios. Ninguna formulación demostró ser estable y se obtuvo un precipitado de polímero durante la noche en el fondo.

10 Tabla 2 - Formulaciones comparativas B1 y B2 el polímero de suavizado celulósico catiónico mediante la simple adición del polímero variando el punto de adición del polímero

Formulación	Formulación B1	Formulación B2
Mezcla de tensioactivos		
Neodol 25-7E	20,2%	20,2%
MPG	19,7%	19,7%
Glicerina 1,26	2,9%	2,9%
Monoetanolamina	9,7%	9,7%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	6,9%	6,9%
Prifac 5908	17,2%	17,2%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	13,8%	13,8%
Polímero LR-400	-	0,5%
Componentes minoritarios		
Secuestrante Dequest 2046 (tal como se recibió)	3,2%	3,2%
Otros componentes minoritarios incl. perfume	2,9%	2,9%
Agua	Resto	Resto
Polímero LR-400	0,5%	-
Total	100%	100%
Estabilidad	Inestable	Inestable

Ejemplo C - Preparación de formulación detergente no acuosa con un polímero de suavizado celulósico catiónico usando la ruta de la técnica anterior como se da a conocer en el documento WO-A-2004/056958 en la página 38

15 En esta ruta, citada en la referencia anterior en la pág. 38 como una manera preferida para preparar composiciones de tratamiento de tejido, se preparó una premezcla de polímero catiónico en una disolución en agua de MPG con la siguiente composición; esto puede considerarse como un sistema de suavizado de tejido con la siguiente proporción de componentes:

Polímero	4,1%
Agua	25,6%
MPG	70,3%

20 Se añadió esta premezcla (sistema de suavizado de tejido) a la formulación como en el ejemplo A (un sistema de limpieza de tejido típico) excepto que sólo se añadió la mitad del MPG en la mezcla de tensioactivos – la otra mitad venía con la premezcla para proporcionar la misma composición que en el ejemplo B. La razón de premezcla con respecto al resto de la formulación fue de 11,5:88,5. Esta formulación tenía un aspecto pegajoso y también demostró

ser inestable tras cierto tiempo porque el polímero precipitó.

Tabla 3 - Preparación del ejemplo comparativo C mediante el proceso descrito en el documento WO-A-2004/056958 de la técnica anterior

Formulación	Formulación C
Premezcla de polímero LR 400	
MPG	8,1%
Agua	2,9%
Polímero	0,5%
Mezcla de tensioactivos	
Neodol 25-7E	20,2%
MPG	10,1%
Glicerina 1,26	2,9%
Monoetanolamina	9,7%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	6,9%
Prifac 5908	17,2%
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	13,8%
Componentes minoritarios	
Secuestrante Dequest 2046 (tal como se recibió)	3,2%
Otros componentes minoritarios incl. perfume	2,9%
Total	100%
Estabilidad	Inestable

5 Ejemplos según la invención

Ejemplo 1 - Preparación de una formulación detergente no acuosa con un polímero de suavizado celulósico catiónico usando la ruta de la invención

El ejemplo 1A es una realización según la invención, mientras que 1B es otro ejemplo para fines comparativos en el que se cambió el orden de adición del tensioactivo aniónico y el tensioactivo no iónico.

- 10 Ambas formulaciones de este ejemplo se prepararon disolviendo el polímero en el MPG y el agua para formar una premezcla; se midió la actividad de agua de la premezcla como 0,33 medida a 20°C en un HygroPalm AW que puede obtenerse de Rototronic AG de Suiza tal como se indicó anteriormente.

La composición en porcentaje de la premezcla era:

MPG	85,3%
Polímero LR-400	2,0%
Agua	12,7%

- 15 El nivel de inclusión de la premezcla de MPG, polímero y agua sería el 23,1% del peso total de la formulación, pero también es posible preparar la formulación *in situ*. En este ejemplo, se calentó la premezcla hasta una temperatura de 45°C. Se usaron los dos siguientes órdenes de adición, añadiendo los componentes de componentes secuencialmente según la tabla 4. Se añadieron los tensioactivos aniónicos en primer lugar en la formulación 1A, mientras que para fines comparativos en la formulación 1B, se añadió el tensioactivo no iónico en primer lugar. Esta

segunda formulación se interrumpió durante el proceso porque ya se había formado un precipitado de polímero. Los detalles de la formulación para este ejemplo se indican en la tabla 4.

Tabla 4 - Preparación de una formulación estable 1A según la invención y una formulación 1B realizada para fines comparativos

Formulación	Formulación 1A	Formulación 1B
Premezcla de polímero		
MPG	19,70	19,70
Polímero LR 400	0,5	0,5
Agua	2,9	2,9
Glicerina 1,26	2,9%	
Tensioactivos		
Neodol 25-7E	-	20,2%
Monoetanolamina	9,7%	No añadida (obtenido precipitado de polímero)
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	6,9%	
Prifac 5908	17,2%	
ÁCIDO LAS (tal como se recibió)	13,8%	
Neodol 25-7E	20,2%	
Componentes minoritarios		
Secuestrante Dequest 2046 (tal como se recibió)	3,2%	
Otros componentes minoritarios incl. perfume	2,9%	
Total	100%	-
Estabilidad	Estable	Inestable

5

La formulación 1A demostró ser estable según la prueba de estabilidad indicada anteriormente.

Ejemplo 2 - Preparación de una formulación detergente no acuosa con el polímero de suavizado celulósico catiónico usando el proceso de la invención con diferentes niveles de tensioactivo no iónico

Tabla 4 - Formulaciones 2A-D que detallan el efecto sobre la estabilidad y viscosidad del nivel de tensioactivo no iónico como peso porcentaje en peso del tensioactivo total

Formulación	2A	2B	2C (igual a 1A)	2D
Premezcla de polímero				
MPG	19,70%	19,70%	19,70%	19,70%
LR-400	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%
Agua	2,9%	2,9%	2,9%	2,9%
Glicerina 1,26	2,9%	2,9%	2,9%	2,9%
Tensioactivos				
Monoetanolamina	2,1%	4,0%	9,7%	11,3%
ÁCIDO LAS tipo 1L (tal como se recibió)	9,9%	19,2%	6,9%	53,8%
Prifac 5908	-	-	17,2%	-
ÁCIDO LAS tipo 1L (tal como se recibió)	-	-	13,8%	-
Neodol 25-7E	55,9%	44,7%	20,2%	2,8%
Componentes minoritarios				
Dequest 2046 (tal como se recibió)	3,2%	3,2%	3,2%	3,2%
Otros componentes minoritarios incl. perfume	2,9%	2,9%	2,9%	2,9%
Total	100%	100%	100%	100%
% de tensioactivo no iónico presente en peso de tensioactivo total	85%	70%	35%	3,2%
Estabilidad	No	Sí	Sí	Sí
Viscosidad mPa.s a 25°C 21 1/s	-	263	511	1630

5 Se observa que las formulaciones 2B y 2C tienen un buen nivel de viscosidad para la facilidad de llenado del producto.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que comprende no más del 20% en peso de agua, caracterizado porque el proceso comprende:
- a) proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional;
- 5 b) mezclar la premezcla con al menos un tensioactivo aniónico; y
- c) añadir posteriormente un tensioactivo no iónico;
- en el que las etapas a) a c) se realizan secuencialmente.
2. Un proceso para la preparación de un producto de tratamiento de tejido en dosis unitaria que comprende una composición de tratamiento de tejido líquida no acuosa que comprende no más del 20% en peso de agua, caracterizado porque el proceso comprende:
- 10 a) proporcionar una premezcla que comprende un polímero celulósico catiónico, agua y un disolvente opcional;
- b) mezclar la premezcla con al menos un tensioactivo aniónico;
- c) añadir posteriormente un tensioactivo no iónico,
- en el que las etapas a) a c) se realizan secuencialmente, y en el que el proceso comprende además encapsular la composición de tratamiento de tejido no acuosa en un embalaje de dosis unitaria.
- 15 3. Un proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el polímero celulósico catiónico es una sal de amonio cuaternario de un polímero celulósico sustituido con hidroxietilo o hidroxipropilo.
4. Un proceso según la reivindicación 3, en el que el polímero celulósico catiónico se selecciona del grupo que comprende hidroxipropiloxietilcelulosa de cocodimetilamonio, hidroxipropiloxietilcelulosa de laurildimetilamonio, hidroxipropiloxietilcelulosa de estearildimetilamonio e hidroxietilcelulosa de estearildimetilamonio; sal de 2-hidroxietil-2-hidroxi-3-(trimetilamonio)-propil éter de celulosa, policuaternio-4, policuaternio-10, policuaternio-24 y policuaternio-67 o mezclas de los mismos.
- 20 5. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero celulósico catiónico es policuaternio-10.
- 25 6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero celulósico catiónico tiene un peso molecular inferior a aproximadamente 850.000 Daltons.
7. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que cuando la premezcla de polímero de la etapa a) se prepara disolviendo el polímero catiónico en una mezcla de agua y disolvente, la actividad de agua de la premezcla es de desde 0,2 hasta 0,7.
- 30 8. Un proceso según la reivindicación 7, en el que la actividad de agua de la premezcla es de desde 0,3 hasta 0,7.
9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo aniónico tiene un contraión orgánico elegido de sales de mono, di o trietanolamonio.
10. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo aniónico está presente en la composición a un nivel de desde el 2 hasta el 70% en peso de la composición total.
- 35 11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo no iónico se selecciona del grupo que consiste en etoxilatos de alcoholes grasos, etoxilatos de alquilfenol, polímeros de bloque de óxido de etileno/óxido de propileno y mezclas de los mismos.
12. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo no iónico está presente en la composición a un nivel de desde el 2 hasta el 50% en peso de la composición total.
- 40 13. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo no iónico está presente a un nivel de desde el 5 hasta el 80% en peso de tensioactivo total presente en la composición.
14. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente se selecciona del grupo que consiste en 1,3-propanodiol y 2-metil-1,3-propanodiol, glicerina, etilenglicol, trimetilenglicol, tetrametilenglicol, pentametilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, 2,3-butanodiol, 1,4-butanodiol y 1,3-butanodiol, y mezclas de los mismos.
- 45 15. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente está presente a un nivel de desde el 2,5 hasta el 50% en peso de la composición total.