



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 804**

51 Int. Cl.:
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 3/18 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)
B01J 13/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06762503 .8**
96 Fecha de presentación : **06.07.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1904614**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.04.2008**

54 Título: **Proceso para formar una partícula de suavizante de telas, partícula obtenida y su uso.**

30 Prioridad: **19.07.2005 GB 0514716**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.10.2011

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

72 Inventor/es: **Boerefijn, Renee;**
Kluit, Sander Bas;
Ranade, Vidyadhar Sudhir y
Tammes, Harmannus

74 Agente: **Linage González, Rafael**

ES 2 366 804 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

Proceso para formar una partícula de suavizante de telas, partícula obtenida y su uso

5 Esta invención se refiere a un proceso para formar partículas de suavizante de telas capaces de suministrar un aceite suavizante a un líquido de lavandería, a las partículas de suavizantes de telas que se pueden obtener mediante el proceso, a una composición detergente de lavandería que incluye las partículas de suavizante de telas y al uso de esta composición.

10 El lavado repetido de ropas puede dar lugar a una aspereza de las telas, que puede ser contrarestada mediante la adición de un acondicionador del aclarado separado. Sin embargo, la conveniencia de un producto único que suministre tanto limpieza como acondicionamiento resulta de gran atractivo. Este denominado "suavizante en el lavado" es un objetivo buscado hace tiempo por los fabricantes de detergentes y, aunque se han intentado muchas aproximaciones, ninguna ha tenido éxito en hacer coincidir el suministro de suavidad de un acondicionador del aclarado separado. Normalmente, las composiciones en polvo de dos en uno suministran tan solo aproximadamente la mitad de la suavidad de una composición acondicionadora del aclarado separada.

15 El suministro de una suavidad mejorada en el lavado principal se puede conseguir mediante el depósito dirigido a diana de aceite de silicona a superficies de algodón usando el adyuvante de suministro de monoacetato de celulosa (CMA), como se describe en el documento WO 0018861. Sin embargo, es un problema llevar a escala el emulsionamiento y la granulación de esta tecnología de una manera reproducible y aun coste asequible.

20 El documento WO 03049846 describe un proceso para formar partículas de emulsión doble que puedan ser útiles para el suministro de polisacáridos modificados como CMA o CMA injertado con silicona. Un problema con las emulsiones dobles de este tipo es que es muy difícil granularlas para hacerlas adecuadas para una inclusión en una formulación detergente en polvo. En particular, son difíciles de secar a gran escala.

25 Para los fines de esta memoria descriptiva, una emulsión doble, o "dúplex" es una emulsión de la configuración agua/aceite/agua.

30 Es un problema conocido controlar la distribución de tamaños de un aceite suavizante tras la introducción en el lavado, ya que se cree que los tamaños de gotitas de aceite más grandes no suministran suavidad. Esto significa que durante el proceso de preparación de una partícula de suavizante, las gotitas de aceite no se deben aglomerar ni coalescer en ninguna medida significativa.

35 El documento EP-A-1502994 describe un proceso para la producción de cápsulas suavizantes. Se encapsula polidimetil-siloxano en un núcleo de alginato reticulado con quitosano. El tamaño de las gotitas es de 1.000 a 1.500 micrómetros.

40 Según la presente invención, se proporciona un proceso para preparar una partícula de suavizante seca con un diámetro medio de más de 250 micrómetros y menos de 650 micrómetros, que comprende una emulsión de aceite suavizante en una matriz polímera, caracterizado porque el proceso incluye las etapas de:

45 (a) formar una emulsión única o doble que comprende el aceite suavizante y agua,

(b) dispersar la emulsión en un exceso en peso de solución de polisacárido,

50 (c) reticular o gelificar el polisacárido con una solución acuosa de cationes para formar la matriz polímera, en que la temperatura es mantenida por debajo de 60°C durante cada una de las etapas a, b y c y el polisacárido se selecciona entre el grupo que comprende kappa-carragenano y alginato, con la condición de que cuando se selecciona kappa-carragenano los cationes comprenden potasio y cuando se selecciona alginato los cationes comprenden calcio.

55 Los cationes que comprenden potasio son lo más ventajosamente de una solución de cloruro de potasio. El potasio no está presente normalmente en grandes cantidades durante un proceso de lavandería, ya sea a partir de la formulación detergente o a partir del agua o a partir de la carga de lavandería ensuciada. Por tanto, el potasio puede disolverse en el líquido de lavado diluido y permitir así que la matriz libere el aceite suavizante en el líquido de lavado.

60 Este proceso se puede considerar que proporciona una matriz provocando que los polisacáridos especificados gelifiquen. Se ha encontrado que para obtener la mejor formación del gel es necesario mantener la temperatura por debajo de 60°C durante cada una de las etapas a, b y c.

65 Los polisacáridos para el proceso son kappa-carragenano o alginato, siendo preferido el kappa-carragenano, especialmente si no va a ser usado con secuestrantes.

El carragenano, una mezcla de galactanos sulfatados lineales solubles en agua, es el nombre genérico para una familia de polisacáridos viscosificantes formadores de gel que son obtenidos comercialmente mediante extracción a partir de ciertas especies de algas rojas. Hay diversos tipos idealizados de carragenano de los que los más comunes son el iota, lambda y kappa son los más comunes.

5 El kappa-carragenano tiene la capacidad de formar un gel tras el enfriamiento de una solución caliente. Según la bibliografía, el gel se forma debido a la formación de una hélice doble. A temperaturas superiores al punto de fusión del gel, la agitación térmica supera la tendencia a formar hélices y el polímero solamente existe en solución como un enrollamiento al azar. Tras enfriar, se constituyen nuevamente un retículo de polímero tridimensional para formar un
10 gel. El aumento de la concentración de kappa-carragenano en la solución provoca un aumento de la viscosidad. Para obtener una viscosidad elevada con bajas concentraciones de kappa-carragenano, es necesario que estén presentes cationes. El kappa-carragenano no gelificará en presencia de Na^+ , pero lo hará en presencia K^+ , Ca^{2+} o NH_4^+ , de los que el potasio produce la gelificación más fuerte. Una estructura de tipo gel se formará en presencia de Na^+ en exceso, pero no se produce un gel coherente útil. La temperatura de gelificación del kappa-carragenano es relativamente insensible a la concentración de carragenano en la solución y es principalmente una función de la
15 cantidad de cationes presentes. El mecanismo de la gelificación de kappa-carragenano con cationes puede ser descrito como sigue: cuanto mayor es el contenido en 3,6-galactosa anhidra (unidad DA) del kappa-carragenano, mayor es el aumento de la resistencia a la gelificación por los cationes gelificantes. Esto puede ser explicado por la hidrofobicidad aumentada conferida al polímero por la unidad DA, más la inferior solubilidad de la sal de potasio, ya que según una teoría de la gelificación, la formación del gel se considera como un tipo de precipitación. Otros factores contribuyentes son la regularidad aumentada del polímero, que conduce a un aumento del contenido tenido
20 helicoidal y a una ordenación iónica mejorada.

El iota-carragenano se une también al agua, pero forma un gel elástico seco, especialmente en presencia de sales de calcio. Los iones de calcio divalente ayudan a formar enlaces entre las moléculas de carragenano para formar hélices. El grupo 2-sulfato de la parte exterior de la molécula de i-carragenano no permite que las hélices se agreguen en la misma medida que el kappa-carragenano. Sin embargo, los grupos sulfato forman enlaces adicionales a través de interacciones de calcio. El iota-carragenano es soluble en agua caliente y la variante de sodio es soluble en agua fría y caliente. El iota-carragenano no es adecuado para ser usado en la presente
25 invención debido a la cantidad de grupos sulfatos que contiene.

El alginato es un polisacárido que se produce de forma natural, extraído de algas marrones. Procede de una familia de copolímeros binarios no ramificados y consiste en residuos de ácidos α -L-gulurónico (G) y β -D-manurónico (M) enlazados (1 \rightarrow 4). El alginato se produce en diferentes conformaciones y, debido a su capacidad para formar un
35 retículo con cationes divalentes, varía en sus propiedades reológicas y funcionales.

Dependiendo de la fuente del alginato, las moléculas pueden estar compuestas por tres tipos de bloques: bloques de ácido polimanurónico (MM), bloques de ácido poligulurónico (GG) y bloques mixtos (MG) (Fig. 1). Como el alginato es derivado de una fuente natural, la cantidad de cada componente (m y G) varía con la fuente del alginato. El nivel de estos bloques de ácidos es importante para la resistencia del gel, especialmente el nivel de G. Esto tiene que ver con las capacidades formadoras de gel del alginato con cationes divalentes, especialmente con la de los iones Ca^{2+} . Generalmente se puede establecer que cuanto mayor es el nivel de ácido gulurónico en el alginato, mayor es la afinidad por iones de Ca^{2+} , lo que conduce a geles más robustos. Por lo tanto, la distribución de pesos moleculares puede tener implicaciones para los usos de los alginatos, ya que los fragmentos de bajo peso molecular que
45 contienen solamente bloques G cortos puede que no tomen parte en la formación de retículos de gel y, consecuentemente, no contribuyen a la resistencia del gel.

Una ventaja del carragenano sobre el alginato es que la unión a cationes es reversible. Esto significa que cuando, por ejemplo, se coloca kappa-carragenano en un exceso de agua, el catión se difundirá desde el gel al agua, lo que da lugar seguidamente a la disolución del gel. Sin embargo, si hay secuestrantes adecuados en el agua, es posible crear un efecto similar con el alginato. Obviamente, cuando se usan genes de alginato con composiciones detergentes de lavandería que contienen secuestrantes y/o compuestos mejoradores de la detergencia, se obtendrá la gelificación reversible deseada.

55 El aceite suavizante está emulsionado y puede estar en la forma de una emulsión única o doble. Aunque el aceite suavizante puede ser de cualquier tipo, los aceites suavizantes preferidos se seleccionan entre el grupo que comprende los que forman emulsiones únicas como aceite mineral; aceite de girasol; aceite de silicio, especialmente aceites de siliconas amino-funcionales como Rhodorsil Oil

60 ExtraSoft suministrado por la empresa Rhodia Silicones (ExtraSoft); aceite de triglicéridos de cadena media (MCT) así como los que se pueden formar como emulsiones dobles, como aceite de silicona. Otras siliconas se pueden seleccionar entre las descritas en los documentos GB 1.549.180 A, EP 459.821 A2 y EP 459.822 A. Estas siliconas pueden ser usadas también como lubricantes. Otros lubricantes adecuados que podrían ser usados en esta invención incluyen cualquiera de los conocidos para ser usados como lubricantes de baños de colorantes en la industria textil. En esta memoria descriptiva, la expresión "aceite suavizante" incluye, en su realización más amplia,
65 un aceite suavizante que ha sido injertado o unido de alguna otra forma a un polisacárido sustantivo de celulosa

hidrolizable, especialmente monoacetato de celulosa (CMA) o goma de algarrobo (LBG). Estos materiales se exponen, por ejemplo, en los documentos anteriormente mencionados WO 2000/018861 y WO 2004/111169.

5 Las imágenes SEM para kappa-carragenano indican una mejor acumulación de gotitas de emulsión doble cuando se aumenta la concentración de la emulsión. Preferentemente, la emulsión tiene un nivel de aceite de más de 50%, más preferentemente de más de 60%, lo más preferentemente de más de 60% en peso. El límite superior para el nivel de aceite se ajusta mediante las limitaciones prácticas del sistema y será de aproximadamente 90% p.

10 También, según un segundo aspecto de la invención, se proporciona una partícula de suavizante seca con un diámetro medio de menos de 650 micrómetros. Tiene un diámetro medio de más de 250 micrómetros, ventajosamente más de 400 micrómetros y lo más ventajosamente de más de 450 micrómetros. Preferentemente, las partículas tienen un contenido de agua de 3 a 20% p, más preferentemente 4 a 15% p, y lo más preferentemente 5 a 10% p. Estas partículas pueden ser obtenidas mediante el proceso según el primer aspecto de la invención. Las partículas comprenden al menos 50% p de aceite suavizante en una matriz seleccionada entre kappa-carragenano
15 reversiblemente gelificado, que ha sido gelificado con iones de potasio y alginato gelificado con iones de calcio. Pueden ser obtenidas partículas de suavizante con niveles de aceite elevados de 90% usando el proceso.

Se puede usar un proceso de extrusión o granulación para obtener esta partícula.

20 Preferentemente, el material de la matriz es kappa-carragenano si la partícula va a ser usada en un sistema sin secuestrantes. El material de matriz de alginato es preferido también si está presente un secuestrante y/o mejorador de la detergencia en la formulación en la que se introduce y se usa la partícula de suavizante.

25 Ventajosamente, el aceite suavizante comprende una emulsión doble. Las imágenes SEM muestran una pared más gruesa entre gotitas de aceite en alginato en comparación con muestras de kappa-carragenano, lo cual impide la dispersión del aceite y reduce la cantidad de aceite que puede ser portado en la partícula.

30 Un tercer aspecto de la presente invención es un polvo o pastilla de detergente que contiene 1 a 7% p de partículas de suavizante preparadas según el proceso de la invención. Preferentemente, el nivel es de 1 a 5% p, lo más preferentemente es 2 a 3% p.

La invención contempla también el uso de una cantidad eficaz de esta composición detergente para suavizar una tela en el lavado, especialmente cuando la tela comprende algodón.

35 Una ventaja de uso de este tipo de polisacárido es que son necesarios niveles bajos de portador en comparación con las tecnologías estándar (por ejemplo, secado por aspersión o granulación). Los materiales suavizantes en el lavado necesitan ser añadidos al nivel de algún porcentaje de la formulación total. El porcentaje de partículas de suavizante en la formulación puede ser mantenido más bajo usando las partículas según esta invención.

40 Los ejemplos investigan el uso de alginato y carragenano para encapsular emulsiones dobles que contienen diversos aceites suavizantes. La evaluación de la calidad de estos encapsulados que usan carragenano y alginato se hace mediante la cuantificación del comportamiento de dispersión de gotitas de aceite en líquido de lavado. Se realizaron también dos ensayos usando ensayos sensoriales de los consumidores para medir la suavidad. Para mostrar la aplicabilidad de la invención, se incorporaron también varios tipos de aceite en forma de emulsiones
45 únicas. Los tipos de aceites escogidos para esta realización del proceso variaron desde viscosidad baja hasta viscosidad elevada y la estructura global del aceite también varió.

50 Los ejemplos usaron iota- y kappa-carragenano y alginatos. Se usaron diversos tipos de kappa-carragenano y un tipo de iota-carragenano (comparativo). Se usó cloruro de potasio (solución 1 M) para el curado (gelificación) de las muestras de kappa-carragenano y se usó una solución de cloruro de calcio (1 M) para el curado de las muestras de alginato y de iota-carragenano. La tabla 1 proporciona algunas propiedades de los polisacáridos usados. La M y G en la tabla representan los porcentajes, respectivamente, de ácido manurónico (M) y ácido gulurónico (G) en el alginato.

55 Tabla 1 – Polisacáridos usados

Polisacárido	Calidad/fabricante	Viscosidad	T _{gel} [°C]	M	G
Kappa-carragenano	X0909/CP Kelco	Elevada	<20	-	-
Kappa-carragenano	TS599 / CP Kelco	Elevada	38	-	-
Kappa-carragenano	TS-C 6244/Danisco	Media	42	-	-
Iota-carragenano*	Sigma A1drich	Elevada	-	-	-
Alginato	Manucol DH/ISP	Baja	<20	70	30
Alginato	Manugel GMB/ISP	Elevada	<20	30	70

*Ejemplo comparativo

Procesos

- 5 Se investigaron dos procesos para preparar gránulos a partir de emulsiones dobles: extrusión y preparación de gránulos.

10 En primer lugar, la emulsión dúplex se mezcló con el polisacárido usando un mezclador superior IKA Eurostar. Seguidamente, para la extrusión, la mezcla se inyectó en un baño que contenía solución de gelificado/curado, mientras que para reparar los gránulos se usó el aparato mostrado esquemáticamente en la Fig. 4. El proceso usado para preparar gránulos utilizó una bomba que transportaba la mezcla de polisacárido y emulsión doble a través de una boquilla, desde la cual caían gotitas en la solución de gelificación/curado para formar partículas de gránulos.

15 Los fideos y gránulos obtenidos a partir del proceso se secaron en un lecho fluidizado Retsch TG-1 durante 30 minutos a 60°C. Se prepararon emulsiones únicas mezclando 5 ml de Synperonic F108 al 0,15%; 21 ml de agua desmineralizada y 24 ml de aceite suavizante a 1.000 rpm en un mezclador de turbina durante 5 minutos. Esto estuvo seguido de la mezcla de la emulsión formada con 50 g de una solución de kappa-carragenano al 5% (X0909, CPKelco) o una solución al 5% de alginato (GMB o DH) usando un mezclador de turbina a 1.000 rpm durante 10 minutos. Usando este proceso, se prepararon emulsiones únicas a partir de aceite mineral, aceite de girasol, aceite de silicio (ExtraSoft) y aceite de triglicéridos de cadena media (MCT).

25 Las emulsiones únicas mezcladas con kappa-carragenano se usaron también para preparar gránulos de la misma manera que para las emulsiones dobles. Las partículas obtenidas fueron analizadas en cuanto al contenido de humedad del polvo (PMC) usando un equilibrio de IR y la eficacia de la dispersión de las partículas en un líquido de lavado de detergente a 40°C se midió usando un láser óptico Malvern 2600LBD. Se realizaron ensayos de suavidad sobre muestras lavadas de ropa mediante un tipo estándar de ensayo de expertos de valoración mediante comparación emparejada. Se usó también un microscopio electrónico de exploración (SEM) para obtener un registro de la estructura de las partículas.

30 La dispersión de aceite a partir de las partículas se midió usando un dispositivo Malvern. La solución en la que se disolvieron las partículas a 40°C era un polvo completo basado en una formulación detergente constituida usada a una concentración de líquido de lavado de 6,8 g/litro. La dispersión se midió en tres fases: la mezcla completa de emulsión con carragenano, una partícula "húmeda" y una partícula seca. Las partículas secas se obtuvieron después de secar las partículas húmedas durante 30 minutos a 60°C usando un dispositivo Retsch TG1. El PMC se determinó con el fin de calcular los niveles y polisacáridos de las partículas secas.

Resultados para emulsión doble

40 No fue posible obtener un fideo o partícula a partir de iota-carragenano. Posiblemente, porque los enrollamientos de iota-carragenano no se reticulaban suficientemente bien para proporcionar la resistencia necesaria para una estructura cohesiva.

45 Las partículas de suavizante de kappa-carragenano y alginato se obtuvieron con un aceite diferente: relaciones de matrices de polisacáridos como se muestra en la tabla 2. El contenido de agua se determinó usando un equilibrio de infrarrojos (Mettler Toledo LJ16). Los niveles de polisacáridos y aceite se calcularon basados en los materiales usados.

Tabla 2 – Características de partículas de suavizante

Polímero y calidad	Agua [%]	Polisacárido [%]	Aceite [%]	Tipo de proceso	Temperatura del proceso [°C]
Alginato					
GMB	13,0	7,82	74,49	Granulación	20
DH	10,0	20,87	64,44	Extrusión	20
Kappa-carragenano					
TS-C -6244	4,0	7,76	83,54	Extrusión	60
TS599	10,0	15,93	69,38	Extrusión	60
X0909	4,0	6,81	84,50	Extrusión	60
X0909	8,0	33,13	54,18	Granulación	20
X0909	5,0	8,60	81,71	Granulación	20

50 Mediciones de la dispersión

Un material de matriz adecuado liberará la emulsión encapsulada de forma que la emulsión se suministre sustancialmente con la misma distribución de tamaño de gotitas que tenía antes de la encapsulación. Con el fin de investigar esto, se midieron los valores de $D(v, 0.5)$ y $D(v, 0.9)$. $D(v, 0.5)$ es el valor para el que un 50% del volumen total de la emulsión está constituida por gotas con diámetros mayores que el valor medio y un 50% más pequeñas que el valor medio. $D(0.9)$ es el valor para el que un 90% del volumen total de la emulsión está constituida por gotas con diámetros más pequeños o iguales a este valor. Los resultados de las mediciones de la dispersión Malvern de estos valores se proporcionan en la tabla 3.

10 Tabla 3 – Resultados de mediciones de las dispersiones

Emulsión		Tipo	Formato	Estado	Aceite [%]	$D_{(v, 0.5)}$	$D_{(v, 0.9)}$
Emulsión		04AGTO 33	-	Líquido		14,0	20,6
Polisacárido	Ej.						
Kappa-carragenano	1	X0909	Mezcla	Líquido	81,71	11,7	17,3
	2	X0909	Gránulo	Curado/no secado	81,71	11,5	16,8
	3	X0909	Gránulo	Secado	81,71	11,9	19,0
	4	X0909	Fideo	Secado	81,71	8,4	11,8
	5	X0909	Fideo	Tratado a 60°C	81,71	26,2	112,8*
Alginato	6	X0909	Gránulo	Secado	54,18	8,4	11,8
	7	X0909	Fideo	Secado	84,50	9,3	14,3
	8	TS-C 6244	Fideo	Secado	83,54	14,4	30,7
	9	TS599	Fideo	Secado	69,38	13,9	26,8
	10	DH	Fideo	secado	64,44	6,8	10,4
	11	DH	Fideo troceado	Secado	64,44	8,7	24,3
	12	GMB	Gránulo	Secado	74,49	12,1	24,0

*La distribución de esta muestra sobrepasa los 200 μm , que es demasiado grande para poder ser medida con la lente

La mayoría de los ejemplos de kappa-carragenano volvieron a dispersar la emulsión con el mismo comportamiento que la emulsión original. La variación entre las muestras estuvo provocada principalmente de forma probable por la mezcladura. La aglomeración de las gotitas de aceite no se produjo, excepto para la muestra que se produjo a 60°C. Todos los demás ejemplos no parecieron estar influenciados por el modo en que se produjeron. Para los ejemplos 1 a 3, no hubo cambio en el tamaño de gotitas de la emulsión entre el estado combinado, el estado curado y después de secar. La aglomeración de gotitas de aceite que se produce en el ejemplo 5 estuvo provocada probablemente por la inestabilidad de la emulsión a esa temperatura. Esto es resaltado cuando se comparan los resultados del ejemplo 5 (calentado) con los de la muestra 1 (no calentada). La comparación de los ejemplos 6 y 7 muestra que el nivel de incorporación de aceite no tiene influencia sobre la nueva dispersabilidad.

No se encontró ninguna diferencia clara entre los gránulos obtenidos a partir de fideos y a partir de gránulos. No hubo residuos sobrantes después de que acabaron los ensayos.

Los ejemplos preparados a partir de alginato muestran un comportamiento similar. El factor diferenciador entre los tipos de alginato es el peso molecular y la capacidad de reticulación con Ca^{2+} . El aumento del tamaño de gotitas para la muestra de GMB puede estar provocado por el elevado peso molecular de la muestra, es decir, hay un comportamiento de ordenación diferente cuando se compara con la muestra de bajo peso molecular (PM). El PM elevado provoca posiblemente mayores "embolsamientos" para albergar las gotitas de aceite en comparación con la muestra de PM bajo.

Se observó también que después de terminar el ensayo de dispersión, se encontraron residuos de alginato que todavía contenía aceite. Esto estaba provocado probablemente por la irreversibilidad de la reticulación con Ca^{2+} . El secuestrante presente en la solución detergente no es suficientemente fuerte para "extraer" los iones de calcio del alginato, dando lugar a una escasa disolución de la muestra. Como el carragenano, no se pueden encontrar ninguna diferencia cuando la muestra se extruyó en forma de un fideo y se troceó usando un mezclador de cizallamiento elevado (véase el ejemplo 10).

Resultados de SEM

La SEM permite adentrarse en la estructuración real. Los ejemplos que fueron seleccionados para un análisis en el SEM eran una pequeña gama de ejemplos representativos del nivel de aceite en una partícula, la diferencia en el estructurante (alginato frente a carragenano) y la influencia de la etapa de secado.

5 La figura 3a y 3b muestra dos fotografías tomadas del mismo ejemplo de carragenano reticulado en el que la única diferencia es que una muestra una parte curada pero no secada de una partícula (Fig. 3a) y la otra muestra la estructura después de secar (Fig. 3b). En estas fotografías, el carragenano reticulado puede ser distinguido por la presencia de potasio. El SEM muestra estas como las líneas chispeantes. Las fotografías muestran que las gotitas de silicio están separadas unas de otras por el carragenano, evitando que las gotitas de silicio se aglomeren. La figura 3b muestra que la estructura permanece intacta después de secar.

15 Las figuras 4a y 4b muestran las diferencias debidas a la carga de aceite. En este caso se puede observar claramente que hay más espacio entre las gotitas de aceite en el ejemplo que contiene ~54% de aceite (Fig. 4a). Esto está provocado por el nivel elevado de polisacárido (~33%). Este no es el caso para el nivel elevado de carga de aceite de ~84% (Fig. 4b).

20 La figura 5a y 5b muestra las diferencias entre carragenano (TS-C 6244) y alginato (GMB). La diferencia principal es la "pared" gruesa que se puede observar para el alginato. La estructura de la matriz parece que está presente en el alginato también. El ejemplo de TS-C 6244 (Fig. 5b) no muestra ninguna diferencia de estructura cuando se compara con el ejemplo de X0909 (Fig. 3b).

Ensayos de suavidad

25 Idealmente, las partículas encapsuladas no deben suministrar una suavidad significativamente menor que la emulsión a partir de la cual se preparan. Los resultados del primer ensayo de suavidad se exponen en la tabla 4.

Tabla 4 – Comparaciones emparejadas de controles de la suavidad

MATERIAL DE LAVADO	PUNTUACIÓN DE PREFERENCIA
Emulsión encapsulada	18
Aceite al 82% de calidad k-carragenano X0909 al 9%	13
Aceite al 55% de calidad k-carragenano X0909 al 33%	12
Aceite al 85% de k-carragenano TS-C 6244 al 8%	11
Aceite al 75% de calidad alginato GMB al 8%	7
Aceite al 65% de calidad alginato DH al 21%	7

30 Estos ejemplos muestran la paridad de los ejemplos dúplex que contienen kappa-carragenano respecto al dúplex original.

Las mediciones de dispersión y suavidad no muestran residuos de partículas cuando la concentración de kappa-carragenano está por debajo de 10%.

35 Las mediciones de dispersión y suavidad muestran residuos de partículas para los ejemplos de alginato así como para los ejemplos de kappa-carragenano con una concentración mayor que 10%.

40 Se puede observar que aunque las partículas no rindieron tan bien como la emulsión original sin encapsular, el kappa-carragenano rindió por encima del alginato y las partículas que tienen los mayores contenidos de aceite, ensayadas al mismo nivel teórico del aceite en el lavado, rindieron por encima de las que tenían un contenido inferior de aceite.

Los resultados de segundo ensayo se exponen en la tabla 5.

45 Tabla 5

PRODUCTO	PUNTUACIÓN DE PREFERENCIA
Acondicionador del aclarado separado	42
Emulsión de 04AGT058	17
Gránulos de 04AGT058	11
Polvo comercial 2 en 1	3-7

Las observaciones de este ensayo indican que los gránulos de alginato no se disuelven completamente, como se puede observar con los ejemplos de disolución en el dispositivo Malvern. Esto se debe probablemente a que hay insuficiente secuestrante para suprimir los iones de calcio usados para unir el alginato. Para el kappa-carragenano, la disolución no es un problema. Solamente los niveles elevados de polisacárido dejaron algunos residuos.

5 El objetivo de estos ensayos fue observar si la emulsión encapsulada suministraba el mismo nivel de suavidad que la propia emulsión. El nivel ligeramente inferior de suavidad cuando se suministraba a partir de las partículas o gránulos puede ser explicado por el tiempo necesario para disolver el gránulo. La suavidad suministrada aumenta con el aumento del depósito de gotitas de silicio. La emulsión sin encapsular es liberada casi inmediatamente al comienzo del lavado.

10 Esto no ocurre para el gránulo, dando lugar a un tiempo menor para que las gotitas de silicio se dispersen y depositen.

15 Resultados para emulsiones únicas en kappa-carragenano

Para mostrar que la tecnología de encapsulación puede ser aplicada a emulsiones únicas así como dobles, se prepararon diversas emulsiones de aceites como emulsiones únicas de aceite en agua (O/W). El PMC (contenido de humedad en el polvo) y los posteriores niveles de aceite y polisacáridos de las partículas secas obtenidas se exponen en la tabla 6.

20 Se midió el comportamiento de la dispersión de la partícula combinada, húmeda y seca. Se midieron el D(v 0.5) y D(v 0.9). Los resultados se proporcionan en la tabla 7.

25 Tabla 6 – Características de las partículas

Polímero y calidad	Tipo de aceite	Agua [%]	Polisacárido [%]	Aceite [%]
Alginato				
GMB	Mineral	9,1	9,1	87,8
DH	Mineral	9,2	9,2	88,0
Kappa-carragenano				
X0909	Mineral	2,2	9,2	88,6
X0909	MCT	1,4	9,3	89,3
X0909	ExtraSoft	1,7	9,3	89,0
X0909	Girasol	2,8	9,2	88,0

Aunque hay alguna fluctuación menor, por ejemplo, entre la partícula húmeda combinada y la partícula seca, los resultados, como los observados para la inclusión de la emulsión doble, no muestran diferencias entre la emulsión encapsulada y la emulsión liberada.

30 Tabla 7 – Resultados a partir de mediciones de las dispersiones

Polisacárido	Nº	Tipo	Tipo de aceite	Formato	Estado	D _(v, 0.5)	D _(v, 0.9)
Kappa-carregenano	1	X0909	ExtraSoft	Combinación	Líquido	9,7	18,0
	2	X0909	ExtraSoft	gránulo	Curado/sin secar	12,3	19,1
	3	X0909	ExtraSoft	gránulo	Secado	9,0	18,8
	4	X0909	mineral	Combinación	Líquido	11,3	14,9
	5	X0909	Mineral	Gránulo	Curado/sin secar	11,0	15,7
	6	X0909	Mineral	Gránulo	Secado	12,5	18,0
Alginato	7	GMB	Mineral	Combinación	Líquido	5,6	7,4
	8	GMB	Mineral	Gránulo	Secado	4,7	18,7*
	9	DH	Mineral	Combinación	Líquido	6,5	9,1
	10	DH	Mineral	Gránulo	Curado/sin secar	9	14,5
Kappa-carragenano	11	X0909	MCT	Combinación	Líquido	7,4	9,6
	12	X0909	MCT	Gránulo	Curado/sin secar	7,3	9,8

	13	X0909	MCT	Gránulo	Secado	7,8	11,6
	14	X0909	Girasol	Combinación	Líquido	7,9	9,8
	15	X0909	Girasol	Gránulo	Curado/sin secar	7,6	9,6
	16	X0909	Girasol	Gránulo	Secado	8,3	11,9

* el gránulo no se disolvería. Se añadió citrato como secuestrante

- 5 Aunque los ejemplos de alginato dispersaron también la emulsión, se encontraron nuevamente residuos después de la medición. Con el fin de observar si el alginato dispersaba la emulsión completamente cuando la partícula se disolvió completamente, se añadió algo de citrato de sodio. El citrato de sodio funciona como un secuestrante y debe ayudar a difundir el Ca^{2+} a partir del alginato, de forma que la partícula se pueda disolver completamente. Se encontró que esto se producía.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para preparar una partícula de suavizante seca con un diámetro medio de más de 250 micrómetros y menos de 650 micrómetros, que comprende una emulsión de aceite suavizante en una matriz polímera, caracterizado porque el proceso incluye las etapas de:
- (a) formar una emulsión única o doble que comprende el aceite suavizante y agua,
- 10 (b) dispersar la emulsión en un exceso en peso de solución de polisacárido,
- (c) reticular o gelificar el polisacárido con una solución acuosa de cationes para formar la matriz polímera, en que la temperatura es mantenida por debajo de 60°C durante cada una de las etapas a, b y c y el polisacárido se selecciona entre el grupo que comprende kappa-carragenano y alginato, con la condición de que cuando se selecciona kappa-carragenano los cationes comprenden potasio y cuando se selecciona alginato los cationes comprenden calcio.
- 15 2. Un proceso según la reivindicación 1, en el que el polisacárido es kappa-carragenano.
- 20 3. Una partícula de suavizante seca con un diámetro medio de más de 250 micrómetros y menos de 650 micrómetros y un contenido de agua de menos de 20%, que puede ser obtenida mediante el proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2 que comprende al menos 50% p de un aceite suavizante en una matriz de un polisacárido reversiblemente gelificado, seleccionado entre kappa-carragenano gelificado con cationes de potasio y alginato gelificado con cationes de calcio.
- 25 4. Una partícula de suavizante según la reivindicación 3, en el que el material de la matriz es kappa-carragenano.
5. Una partícula de suavizante según una cualquiera reivindicaciones 3 a 4, en la que la emulsión es una emulsión doble.
- 30 6. Una partícula de suavizante según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, en la que el aceite suavizante es un aceite injertado en un polisacárido no hidrolizable sustantivo para celulosa, preferentemente monoacetato de celulosa o goma de algarrobo.
- 35 7. Una composición detergente, en la forma de un polvo que contiene 1 a 7% de partículas de suavizante preparadas según el proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2.
8. Una composición detergente en la forma de una pastilla que contiene 1 a 7% de partículas de suavizante preparadas según el proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2.
- 40 9. Una composición detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 8, en la que las partículas de suavizante comprenden alginato y la composición comprende adicionalmente un secuestrante y/o un mejorador de la detergencia en una cantidad eficaz para invertir la gelificación del alginato tras una dilución en agua de lavado.
- 45 10. Uso de una cantidad eficaz de un detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, para suavizar telas en el lavado.
11. Uso según la reivindicación 10, en el que la tela comprende algodón.

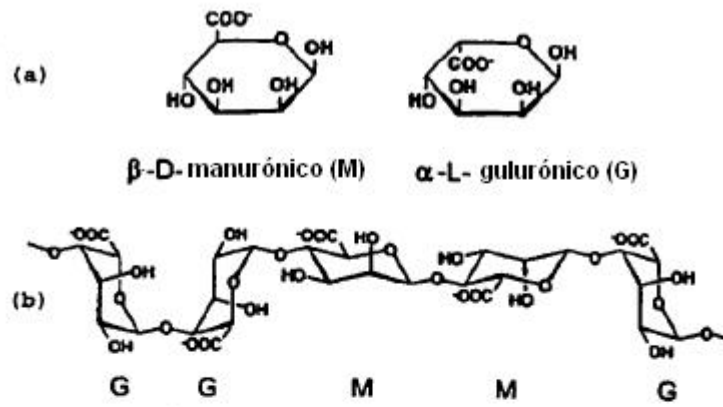


Fig 1

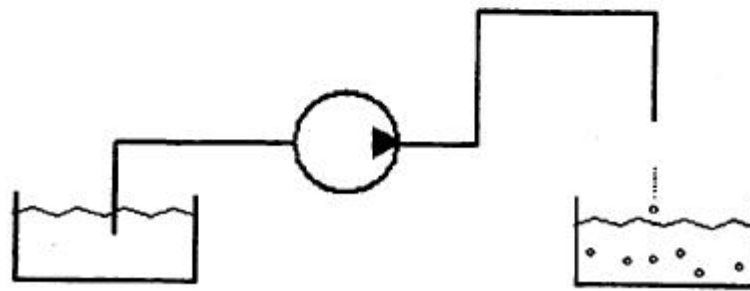


Fig 2

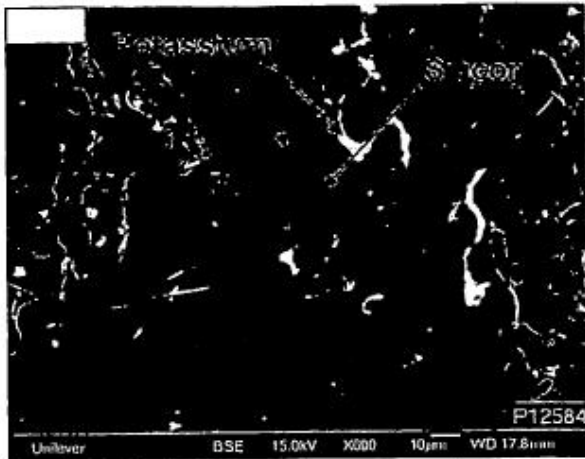


Fig 3a

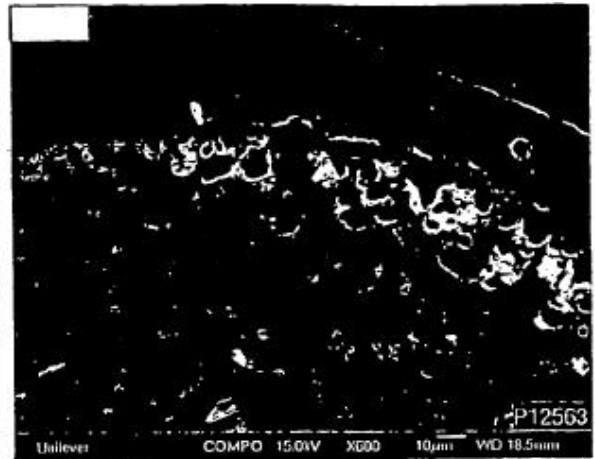


Fig 3b

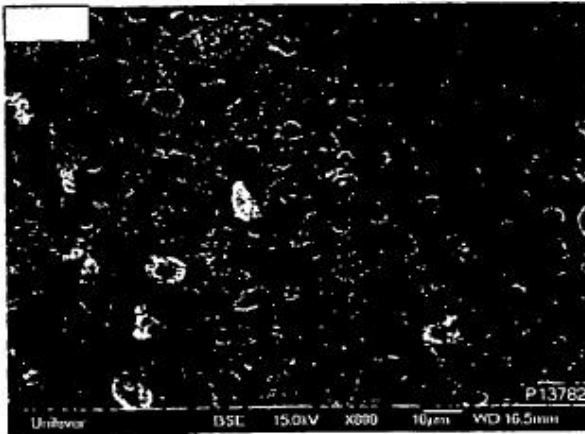


Fig 4a

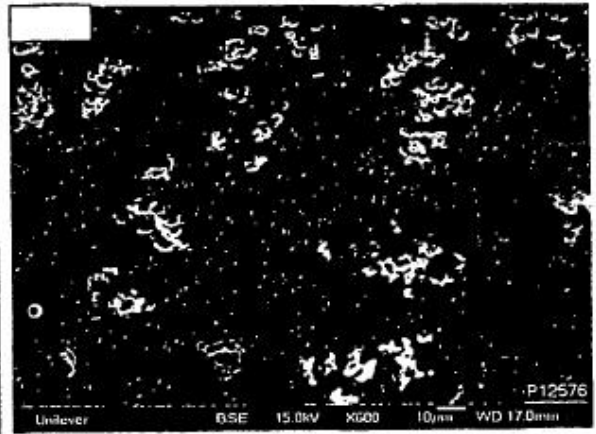


Fig 4b

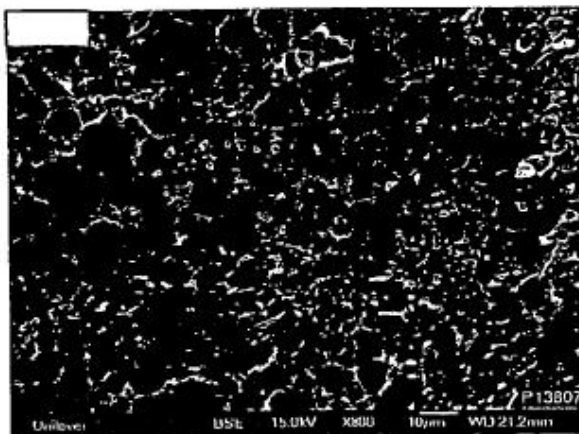


Fig 5a

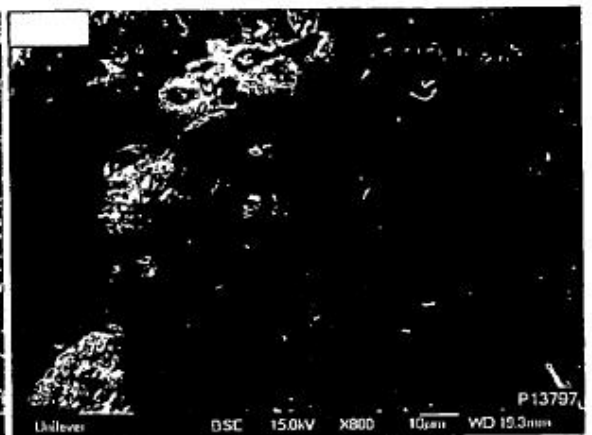


Fig 5b