

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 511 465**

51 Int. Cl.:

C11D 3/39 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 3/18 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)
C11D 3/02 (2006.01)
C11D 1/66 (2006.01)
C11D 1/72 (2006.01)
C11D 1/29 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.09.2011 E 11760487 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014 EP 2622056**

54 Título: **Composición detergente**

30 Prioridad:

19.11.2010 EP 10191813
28.09.2010 IN MU00266810

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

22.10.2014

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

NAGARAJAN, ARUN KUMAR;
ROUT, DEELEEP KUMAR y
SINHA, RITESH KUMAR

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 511 465 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 detergente

5 **Campo de la invención**

La presente invención es del campo de las composiciones detergentes; en particular composiciones detergentes líquidas de actividad elevada, para ser usadas en limpieza de lavandería y/o doméstica, entre otras. Las composiciones de la presente invención se refieren al campo de las micro-emulsiones de agua en aceite.

10

Antecedentes de la invención

Las composiciones detergentes líquidas son ampliamente apreciadas y preferidas por muchos consumidores de hoy en día tanto en mercados desarrollados como en mercados en desarrollo y emergentes. Tales composiciones detergentes líquidas se usan principalmente en aplicaciones de limpieza de lavandería y cuidado doméstico.

15

Uno de los problemas más comunes es la supresión de manchas y/o suciedad de grasa, especialmente manchas y/o suciedades de grasa solidificadas. Éste es un problema en el campo de la limpieza doméstica (por ejemplo, superficies de cocinas, lavado de vajillas) y en el campo de la lavandería y el lavado de telas (por ejemplo, puños y cuellos). Especialmente, el té, café, tomate (incluido ketchup) y el vino se conoce que plantean dificultades de limpieza sobre las telas y superficies similares.

20

Las composiciones detergentes líquidas son ampliamente conocidas en la técnica. Las composiciones detergentes líquidas comprenden generalmente un agente tensioactivo y un disolvente. Las composiciones detergentes líquidas pueden comprender adicionalmente un perfume, mejorador de la detergencia, polímeros, blanqueador, espesantes, agentes de contraste y otros ingredientes comunes de detergentes. Las composiciones detergentes líquidas a menudo están estructuradas, por ejemplo, para controlar la viscosidad del líquido o para mejorar la estabilidad y evitar la separación de fases o para hacer posible la incorporación de ingredientes que son insolubles en agua. En la actualidad las composiciones detergentes líquidas normalmente no contienen blanqueador y, por lo tanto, no funcionan bien con las manchas blanqueables como el café, té, tomate y vino. Al mismo tiempo, los actuales productos detergentes contienen solo niveles bajos de tensioactivos y, por lo tanto, tampoco cumplen con las exigencias de los consumidores para la supresión de las manchas aceitosas y grasas.

25

30

Una forma de una composición detergente líquida estable es una composición detergente en la forma de una emulsión. Un tipo definido de emulsión es la microemulsión. Generalmente, las emulsiones son líquidos opacos que no son apreciados por los consumidores de los tiempos modernos. Las microemulsiones pueden ser transparentes y normalmente tienen también una viscosidad inferior.

35

El documento WO95/27034 describe composiciones detergentes en la forma de microemulsiones de aceite en agua que proporcionan una rápida supresión de manchas. La composición del documento WO95/27034 comprende un sistema tensioactivo que comprende etoxilatos de alcoholes no iónicos con longitud de cadena corta que tienen menos de 12 átomos de carbono y con al menos un 45% de material de C10. Se encuentra que estas microemulsiones de aceite en agua no proporcionan una disolución adecuada de las manchas y suciedades grasas cuando se aplican puras. La solubilización rápida de las grasas (o suciedad aceitosa) cuando se aplican en estado puro sobre una mancha o suciedad grasa continúa siendo deseada entre otras cosas para la disolución de sebo en cuellos de camisas y suciedades grasas sobre superficies duras.

40

45

Las microemulsiones han sido descritas también en un cierto número de otros documentos como el documento US 5.415.812, que describe una composición detergente de acción ligera; o el documento US 4.438.009, que describe composiciones de pre-tratamiento de lavandería bajas en disolvente.

50

En el documento EP-A2-610010 se han descrito microemulsiones que contienen blanqueadores, sin embargo, esta descripción se refiere a una microemulsión de o/w (aceite en agua). Como la fase continua es acuosa, continúa siendo deseada su eficacia para solubilizar sólidos grasos.

55

El documento US 20070117734 describe composiciones líquidas-cristalinas de lavado o limpieza que contienen PAP en forma de partículas.

60

Para superar los efectos perjudiciales de un blanqueador (por ejemplo, PAP) en composiciones detergentes líquidas, se ha propuesto encapsular PAP con el fin de protegerlo de los ingredientes sensibles y evitar la degradación del PAP. Especialmente en el campo del lavado mecánico de vajillas, se han propuesto soluciones de encapsulación de cera. Sin embargo, la encapsulación de cera requiere temperaturas elevadas para disolver el revestimiento y liberar el PAP. En procedimientos de lavado y limpieza a bajas temperaturas, estos revestimientos no se disolverán. Continúa siendo deseado un sistema de estabilización alternativo para PAP.

65

Se han propuesto otras composiciones de pretratamiento, principalmente en el campo de la limpieza de lavandería y

de telas, para proporcionar la supresión de manchas.

En el documento US 4.561.991 se describen composiciones de pretratamiento de lavandería en la forma de micro-emulsiones. Describe mezclas de poliaminas y disolventes de corte de grasas. Se describen también otros
5 tensioactivos como tensioactivos no iónicos.

Lo que se continúa deseando es una composición detergente líquida que suprima suciedades y/o manchas de un material graso sólido o solidificado en el lavado principal a pH neutro.

10 Es un objeto de la presente invención proporcionar una composición que proporcione una disolución rápida de material graso sólido.

Es un objeto adicional proporcionar una composición detergente líquida que contenga un blanqueador estable.

15 Es otro objeto de la invención proporcionar una composición detergente concentrada estable que contenga niveles elevados de material tensioactivo.

Es otro objeto de la invención proporcionar una composición detergente concentrada transparente.

20 Es otro objeto de la invención proporcionar una composición detergente concentrada que muestre una disolución rápida en agua.

Todavía es otro objeto de la invención proporcionar una composición detergente concentrada que tenga una baja viscosidad.

25 Todavía es otro objeto de la invención proporcionar una composición detergente líquida que proporcione una disolución rápida de manchas aceitosas/grasas o suciedad cuando se aplica en estado puro.

30 Sorprendentemente, se ha encontrado que una composición detergente de microemulsión de agua en aceite como se describe en la reivindicación 1, que comprende un tensioactivo que tolera agua dura, agua, aceite y ácido ftaloil-amino-peroxicapróico (PAP) proporciona una composición detergente blanqueante líquida concentrada que suprime las suciedades y/o manchas de un material graso sólido o solidificado en el lavado principal a pH neutro.

Sumario de la invención

35 Consecuentemente, la presente invención proporciona una composición detergente de microemulsión de agua en aceite que comprende 20-75% en peso de un sistema de tensioactivos; 5-20% en peso de una solución acuosa que tiene una resistencia iónica de 0,01-4 mol/l que comprende: agua y un electrolito, que excluye el sistema tensioactivo (a); 10-40% en peso de un aceite saturado y 0,1-10% en peso de ácido ftaloil-amino-peroxicapróico (PAP) y en que
40 la composición comprende menos de 100 ppb de iones de metales de transición y en que el pH es entre 4 y 8.

En otro aspecto, la invención proporciona un procedimiento para preparar una microemulsión según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 que comprende las etapas en secuencia de: añadir el sistema tensioactivo a un aceite/disolvente, mezclarlos conjuntamente mediante un agitador elevado, añadir el PAP y mezclar nuevamente;
45 añadir ingredientes hidrófobos opcionales y añadir la fase acuosa que contiene electrolitos.

Aunque los ejemplos en esta solicitud muestran predominantemente aplicaciones de lavandería, debe apreciarse que las aplicaciones de limpieza doméstica, incluidas aplicaciones de limpieza de superficies duras, lavajillas, etc. y las aplicaciones de acondicionamiento de telas están también incluidas en el alcance de esta solicitud.
50

Estos y otros aspectos, características y ventajas resultarán evidentes para los expertos en la técnica a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada y las reivindicaciones anejas. Para evitar dudas, cualquier característica de un aspecto de la presente invención puede ser utilizada en cualquier otro aspecto de la invención. La expresión "que comprende" está previsto que signifique "que incluye" pero no necesariamente "que consiste en" o "compuesto por". Dicho de otro modo, las etapas o las opciones citadas no es necesario que sean exhaustivas. Debe apreciarse que los ejemplos proporcionados en la descripción que sigue está previsto que aclaren la invención y no está previsto que limiten la invención a estos ejemplos por sí mismos. Análogamente, todos los porcentajes son porcentajes en peso/peso salvo que se indique otra cosa. Excepto en los ejemplos de funcionamiento y comparativos, o cuando se indique explícitamente otra cosa, todos los números en esta descripción que indican
55 cantidades de material o condiciones de reacción, propiedades físicas de materiales y/o su uso se debe comprender que están modificados por el término "aproximadamente".

Los intervalos numéricos expresados en el formato "desde x hasta y" se debe entender que incluyen x e y. Cuando para una característica específica se describen intervalos preferidos múltiples en el formato "desde x hasta y" debe entenderse que todos los intervalos que combinan los diferentes puntos de los extremos están también contemplados.
65

Descripción detallada

La invención se refiere a una composición detergente de microemulsión de agua en aceite (w/o).

5

Microemulsión de agua en aceite

Una microemulsión de agua en aceite tiene una configuración que comprende gotitas discretas de agua en aceite. Estas microemulsiones w/o se caracterizan también por unos valores bajos de la conductividad eléctrica, preferentemente <1 mS/cm, más preferentemente <0,1 mS/cm (por ejemplo, medida con un medidor de la conductividad (por ejemplo, Orion 150)). Además, la fracción en volumen de agua en la microemulsión es normalmente <2, para evitar la infiltración de gotitas de agua que conduzcan a una conductividad eléctrica superior de la muestra. Los diámetros típicos de las gotitas de agua están en el intervalo de 2-50 nm (medidos, por ejemplo, mediante una técnica de dispersión de luz dinámica por medio de un sistema de goniómetro Brookhaven, equipado con un láser y un foto-detector y un auto-correlador). Normalmente, la viscosidad está en el intervalo de 30-300 CP (medida a 20 s⁻¹, usando un reómetro de tensión controlada, CSL 500 TA Instruments).

10

15

Tensioactivo

Las composiciones según la invención comprenden 20 a 75% en peso de la composición de un tensioactivo.

20

Tensioactivos que toleran agua dura, como sulfatos de alquil-éter (por ejemplo, SELS), alquil-poliéter-carboxilatos, ésteres y amidas de ácidos grasos, alcano-sulfonatos, ésteres de polioxialquilenos-fosfato, alcoholes fosfatados y polifosfatados, sulfocinatos (di-2-etilhexil-sulfosuccinatos), tensioactivos no iónico alcoxilados (por ejemplo, etoxímeros de alcohol laurílico), copolímeros de bloques de EO/PO, alquil-poliglucósidos (APGs), alquil-N-metilglucoamidas, óxidos de aminas, etoxilatos de aminas, etoxilatos de éster metílico, alcanolamidas, amidopropilaminas, carboxibetaínas, sulfo- y fósforo-betaínas, compuestos anfóteros derivados de aminoetanolamina (anfomonopropionatos de alquilo).

25

30

Los tensioactivos que toleran agua dura más preferidos son tensioactivos no iónicos alcoxilados. Alquil-éter-sulfatos, alquil-poliglucósidos y sus mezclas.

El tensioactivo está presente, preferentemente en una concentración de al menos 30%, más preferentemente al menos 40%, todavía más preferentemente al menos 50% o incluso al menos 60% en peso de la composición. El tensioactivo está presente preferentemente en una concentración de no más de menos de 70% en peso de la composición.

35

Se puede encontrar tensioactivos que toleran agua dura más adecuados en libros de texto bien conocidos como "Surface Active Agents" Vol. 1, by Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 by Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, y/o la edición actual de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" publicado por Manufacturing Confectioners Company o en "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2nd Edn., Carl Hauser Verlag, 1981.

40

En las composiciones de lavandería y de limpieza de telas los tensioactivos aniónicos y no iónicos son los más preferidos, aunque puede ser usado cualquier tensioactivo en composiciones de limpieza doméstica.

45

El alcohol graso alcoxilado lineal o ramificado que tiene una cadena carbonada de entre 10 y 16 átomos de carbono, son preferidos en la composición. El alcohol graso está preferentemente etoxilado, teniendo una media de entre 0 y 7 grupos EO.

50

Para un líquido de lavado de vajillas, los tensioactivos aniónicos y no iónicos y sus combinaciones son los más preferidos. Para un limpiador de pulverización para superficies duras (pulverizar y limpiar) puede ser usado cualquier tensioactivo.

55

Las composiciones con elevado contenido de componentes activos comprenden incluso preferentemente al menos 50% en peso, más preferentemente al menos 60% en peso o incluso al menos 70% en peso del sistema tensioactivo.

60

Otras composiciones de lavandería líquidas o de limpieza de telas, composiciones de acondicionamiento de telas y composiciones de limpieza domésticas (por ejemplo, composiciones lavavajillas) comprenden normalmente no más de 75% en peso, más preferentemente no más de 70%, todavía más preferentemente no más de 60% en peso o incluso no más de 50% en peso.

Solución acuosa

La composición comprende 5-20% en peso de una solución acuosa, que tiene una resistencia iónica de 0,01 a 4 mol/l, preferentemente al menos 0,05 mol/l, preferentemente al menos 0,1 mol/l, preferentemente al menos 0,2 mol/l

65

o incluso al menos 0,5 mol/l pero preferentemente, no más de 3,5 mol/l o incluso no más de 3 mol/l.

La composición acuosa comprende agua y un electrolito para un rendimiento mejorado.

5 El electrolito está presente normalmente en la composición en una concentración tal que la resistencia iónica está por encima de un intervalo dado. Normalmente, el electrolito está presente en una concentración de hasta 15% en peso basado en la solución acuosa, cuando el electrolito es una sal de electrolito monovalente. La cantidad requerida depende del tipo de electrolito usado y su valencia.

10 Aunque no se desean vinculaciones teóricas, se encuentra que el requisito del electrolito cumple la regla Schulze-Hardy para soluciones coloidales, que define la cantidad necesaria sobre las bases de la concentración requerida de un catión monovalente dividido por la (valencia)⁶; por ejemplo, cuando es necesario 15% de Na₂SO₄ para formar una microemulsión, puede ser sustituido por CaSO₄ en una concentración de aproximadamente $15\%/2^6 = 15\%/64 = 0,23\%$.

15 Siguiendo la ecuación anterior, la sal catiónica monovalente está presente preferentemente en una concentración entre 1 y 15% basada en la solución acuosa, mientras que la sal catiónica divalente está presente preferentemente en una concentración entre 0,01 y 4% basada en la solución acuosa y una sal catiónica trivalente y multivalente está presente preferentemente en una concentración entre 0,005 y 2% basada en la solución acuosa.

20 Los electrolitos preferidos son fosfatos, sulfatos de metales alcalinos y mezclas de metales alcalinotérreos de cualquiera de los anteriores.

25 El catión metálico trivalente preferido es Al³⁺. Sin embargo, los cationes de metales de transición están excluidos ya que son perjudiciales para la estabilidad del blanqueador.

Las sales de hidróxidos no son preferidas debido a los efectos desfavorables del pH y las reacciones no deseables.

Aceite saturado

30 La composición comprende adicionalmente 10 a 40% en peso de un aceite saturado. El aceite es un hidrocarburo saturado, lineal, ramificado o cíclico con un PF > -100 °C, seleccionado entre la siguiente clase de productos químicos: (i) ésteres; (ii) ácidos y (iii) triglicéridos y (IV) alcanos. El aceite tiene preferentemente una solubilidad de Hansen entre 14 y 20 (MPa)^{0,5}. La solubilidad de Hansen es preferentemente al menos 15 (MPa)^{0,5}, más preferentemente al menos 16 (MPa)^{0,5} y normalmente no más de 19 (MPa)^{0,5} o incluso no más de 18 (MPa)^{0,5}.

40 El aceite tiene preferentemente una solubilidad de materia grasa de triglicéridos sólidos en el aceite y/o disolvente de más de 3% en peso. Preferentemente, la solubilidad de materia grasa de trilaurina sólida (un triglicérido) en el aceite es de más de 5%, o incluso más de 10%. Este porcentaje está basado en la cantidad agregada del aceite y la trilaurina disuelta en el mismo.

45 El aceite se selecciona preferentemente entre ésteres alquílicos o arílicos de ácidos grasos saturados, aceites de ácidos grasos saturados, mono-, di- y tri-glicéricos sin insaturaciones, poliésteres derivados de azúcares y poliésteres de sacarosa.

50 Los ésteres de ácidos grasos alquílicos preferidos tienen una estructura química R₂-COO-R₁ en la que R₂ = C₇-C₂₂ y R₁: C₁-C₂₂. Los ácidos grasos preferidos son ácidos grasos de C₈-C₂₂ e incluyen ácidos di- y tri-carboxílicos y ácidos grasos oligómeros, (como los disponibles en el comercio como Pripol 1017 de la empresa Unichema). Los triglicéridos preferidos incluyen los de glicéridos de cadena media, que son líquidos en condiciones ambientales y están también contemplados.

Es especialmente preferido usar aceites de fuentes renovables, como un aceite derivado de palma, soja, coco y jatrofa.

55 Las combinaciones de cualquiera de los aceites están también incluidas en el alcance de esta invención.

Ácido ftaloil-amino-peroxicapróico

60 El blanqueador según la invención es ácido ftaloil-amino-peroxicapróico (también denominado en la bibliografía como ácido N,N-ftaloil-amino-peroxicapróico, ácido ftalamido-perhexanóico o simplemente PAP) que es un perácido orgánico soluble en aceite y es incorporado en la composición hasta 10% en peso, preferentemente hasta 8% en peso, más preferentemente hasta 5% en peso; y está presente a una concentración de al menos, 0,1%, más preferentemente al menos 0,5% todavía más preferentemente al menos 1% o incluso al menos 2% en peso de la composición.

65 El PAP es solubilizado preferentemente en la fase de aceite/disolvente de la microemulsión de agua en aceite. Se

espera que el PAP actúe sobre la suciedad durante la interacción de las gotitas de aceite con los sustratos ensuciados. El pH de la composición es ácido a neutro, mediante lo cual se quiere indicar que el pH es entre 4 y 8. Los mejores resultados con composiciones en las que se incorpora PAP se obtienen cuando el pH está en el intervalo de 5 a 7.

5

Ingredientes opcionales

La composición puede comprender adicionalmente un mejorador de la detergencia, agentes anti-redepósito, repelentes de mosquitos y/o insectos, colorantes oscurecedores, agentes antimicrobianos (basados en aceite), agentes de contraste solubles en aceite, enzimas, perfumes y polímeros supresores de la suciedad.

10

El perfume puede ser incorporado en la composición en una concentración entre 0,1 y 5% en peso. Normalmente la concentración es de menos de 3%, incluso menos de 2%; generalmente el perfume está presente en una concentración entre 0,5 y 1% en peso. Está demostrado que el perfume incorporado en una microemulsión proporciona un depósito hasta 10 veces mejor sobre telas y el perfume permanece durante un periodo más largo en comparación con solamente una solución de tensioactivo que contenga una cantidad equivalente de perfume.

15

Viscosidad

La viscosidad de la composición es preferentemente baja. Mediante baja se quiere indicar no más 1000 mPa.s, más preferentemente no más de 500 mPa.s, preferentemente menos de 300 mPa.s, todavía más preferentemente menos de 200 mPa.s o incluso menos de 150 mPa.s. Es preferido que la composición tenga una viscosidad de más de 5 mPa.s, más preferentemente más 10 mPa.s, todavía más preferentemente más de 20 mPa.s o incluso más de 50 mPa.s. Todas las viscosidades mencionadas son medidas mediante reómetro Carrimed CSL-500 con una geometría estándar de cono y placa a 20 s⁻¹ y 25 °C.

20

pH

El pH está en un intervalo de 4 a 8, preferentemente al menos 5 y no más de 7. Puede ser usado cualesquiera agentes de ajustes del pH conocidos o tampón cuando sea necesario.

30

Proceso

La microemulsión se prepara añadiendo en secuencia el sistema tensioactivo a un aceite/disolvente mezclándolos conjuntamente por medio de un agitador elevado, añadiendo ingredientes hidrófobos opcionales como un agente de contraste, blanqueador y aceites esenciales/perfumes; añadiendo fase acuosa que contiene electrolitos y añadiendo enzimas/blanqueadores.

35

Los ingredientes hidrófobos opcionales incluyen un agente de contraste, perfume y polímeros supresores de la suciedad insolubles en agua (por ejemplo, gerol, marca registrada de la empresa Rhodia).

40

Formato del producto

El producto de lavandería puede estar envasado en una botella estándar. Normalmente se introducen productos de aplicación previa de manchas en un dispositivo de suministro como lápices de manchas, bolas rodantes, pinceles y/o pulverizadores (por ejemplo, dispositivos de suministro de pulverizadores de gatillo o botellas flexibles para apretar). Los productos de limpieza doméstica están normalmente en forma de pulverizaciones de gatillo. Los líquidos lavavajillas se comercializan normalmente en botellas.

45

50 Descripción de la figura

La figura 1 es un diagrama ternario que muestra las diferentes formas de mezclas de tensioactivo (C₁₂EO₇ = tensioactivo NI (Galaxy 257) de la empresa Galaxy, India), agua (H₂O) y aceite (MD = Decanoato de metilo). El diagrama muestra los diferentes tipos de líquidos/emulsiones que pueden ser obtenidos y la zona preferida (área oscurecida) de microemulsión de agua en aceite (W/O-ME) en la parte derecha.

55

En la figura L_α representa las fases cristalinas líquidas, L₂ representa las fases micelares invertidas, L₁ representa fases micelares y μE representa microemulsión.

60 Ejemplos

La invención se ilustrará seguidamente por medio de los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplo 1: Preparación de microemulsiones que contienen PAP

65

El PAP puede ser obtenido en forma pura o puede ser obtenido poniendo en suspensión una suspensión de PAP al

17% p disponible en el comercio en agua utilizando estabilizadores y estructurantes (de la empresa Solvay, Italia) seguido de extracción del PAP de la fuente comercial usando cloroformo. El porcentaje de pureza del PAP extraído es 90-92 p.

5 La cantidad requerida del aceite se pesa y 1-4% de PAP puro o purificado se mezcla con el aceite. Seguidamente se añade tensioactivo no iónico (por ejemplo, Galaxy 257 (C₁₂₋₁₅EO₇)) y la mezcla se agita hasta que se obtiene una solución transparente.

10 Se añade agua desionizada y se agita bien para conseguir la formulación requerida. La composición de la formulación se escoge a partir de las zonas de fases, proporcionadas en el diagrama ternario (véase la figura 1).

Algunos ejemplos de composición según la invención se proporcionan en la tabla siguiente.

Tabla 1: Composiciones

	1	2	3	4	A
Producto Químico	% p	% p	% p	% p	% p
C ₁₂ EO ₇ (Etoxilato de alcohol)	70	70	59	70	73
Decanoato de metilo	13	18	20	12,8	13,5
Agua	13	8	20	12,8	13,5
PAP (90-92% puro)	4	4	1	4	
Na ₂ SO ₄ (electrolito)				0,4	

15 La tabla anterior muestra tres composiciones según la invención (composición 4) y composiciones comparativas (composiciones 1-3 y A).

Ejemplo 2: Estabilidad de PAP

20 Es conocido en la técnica que el PAP no es estable en composiciones acuosas, mientras que es razonablemente estable en disolventes orgánicos. La estabilidad del PAP en composiciones de microemulsiones que comprenden agua todavía no ha sido determinada.

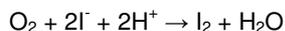
25 El nivel de PAP en el producto se determina mediante titulación bajo condiciones ácidas frente a tiosulfato/KI según el siguiente método

Método de análisis de PAP en la formulación mediante titulación yodométrica:

30 Se toma una cantidad conocida (g) del prototipo líquido que contiene PAP. Se añaden 30 ml de isopropanol para disolver el contenido. Posteriormente se añaden 50 ml de agua desionizada (DI) seguido de 20 ml de ácido acético glacial. La mezcla se agita bien. Se pesan 3 g de sal de yoduro de potasio (KI) y se añade a la mezcla en solución.

35 El oxígeno liberado del PAP oxida el yoduro (I⁻) a I₂. Este yodo liberado es estimado usando solución de tiosulfato de sodio estandarizada, que corresponde directamente a la cantidad de PAP inicialmente presente en la solución.

La reacción implicada en el procedimiento anterior es



45 La concentración de PAP puede ser seguidamente calculada mediante la siguiente ecuación:

$$\%PAP = \frac{V(ml) * N * (277/2) * 100}{1000 * W}$$

en la cual:

50 V (ml) = volumen de tio requerido para reducir el yodo liberado

N = Normalidad de solución de tio usada para el análisis

55 W = Peso de la muestra tomado para análisis

277/2 = Peso equivalente de PAP

PAP incorporado en el aceite solo

5 Aproximadamente un 0,82% en peso de PAP incorporado en el aceite mencionado mostró estabilidad durante 30 días con un 6% de degradación en concentración de PAP.

PAP en la composición

10 La microemulsión de PAP de la composición 1 (no es según la invención) se usó y se almacenó durante más de 2 meses. Se tomaron muestras según la tabla 2 y se analizaron como se indicó anteriormente. Los resultados se muestran en la tabla 2 siguiente.

15 Tabla 2: Degradación de microemulsión de PAP

Días	Concentración de PAP (%p)
0	3,69
3	3,26
10	2,65
18	2,23
25	2,27
31	1,54
67	0,76

La degradación de PAP sigue una cinética de reacción de primer orden con una semivida de aproximadamente 30 días.

20 Ejemplo 3: Experimento de lavado con formulación de blanqueo que contiene PAP

Se hicieron ensayos de lavado con algodón WFK, polialgodón (combinación de poliéster-algodón) y poliéster y las telas se tiñeron con té negro y hierba.

25 Se usaron 0,5 ml de té negro (sin leche) elaborados con una bolsa de té Taj Mahal (de la empresa Hindustan Unilever Ltd, India) y 0,5 ml de extracto de hierba, obtenido triturando hierba fresca con agua (1:2 en peso) en un mezclador para teñir las muestras de ensayo de telas.

30 Las formulaciones con PAP (composición 1) (no es según la invención) y sin PAP (composición comparativa A) fueron aplicadas directamente sobre la tela sobre una base de componentes activos iguales que pudiera cubrir suficientemente para teñir el área manchada. Después de dejarla en aire durante dos minutos las telas se remojaron en agua de 24 °FH a 25 °C durante 30 minutos y seguidamente se lavaron en un tergotómetro (7243ES) durante 15 minutos, seguido de aclarado durante dos minutos 2 veces. La UC se mantuvo a 20 y las rpm de los husillos a 80-90.

La reflectancia se midió con reflectómetro (espectrofotómetro Macbeth – Colour eye 7000A) antes y después del procedimiento de lavado a 460 nm. Esta diferencia se denomina comúnmente en la industria dR_{460} , cuanto más elevado es el valor de dR_{460} , mejor es el rendimiento limpiador. El experimento se repite por triplicado y se calculan las desviaciones típicas (SD). Los resultados se encuentran en la tabla siguiente:

Tabla 3a: Resultados de manchas de té

	Comp. A		Comp. 1	
	dR_{460}	SD	dR_{460}	SD
Algodón	22,345	0,684	30,904	1,398
Polialgodón	32,638	0,740	35,943	0,624
Poliéster	36,375	0,631	42,643	1,230

Tabla 3b: Resultados de manchas de hierba

	Comp. A		Comp. 1	
	dR_{460}	SD	dR_{460}	SD
Algodón	27,346	0,467	31,785	0,346
Polialgodón	24,133	3,111	34,144	0,686
Poliéster	36,035	2,444	38,801	0,556

45 Los resultados en las tablas 3a y 3b muestran una limpieza superior con la microemulsión que contiene PAP en comparación con una microemulsión regular.

REIVINDICACIONES

1. Composición detergente de microemulsión de agua en aceite, que comprende
- 5 a. 20-75% en peso de un sistema de tensioactivos;
- b. 5-20% en peso de una solución acuosa que tiene una resistencia iónica de 0,01-4 mol/l que comprende:
- 10 i. agua, y
- ii. un electrolito, que excluye el sistema tensioactivo (a)
- c. 10-40% en peso de un aceite saturado: y
- 15 d. 0,1-10% en peso de ácido ftaloil-amino-peroxicaprónico (PAP);
- en que la composición comprende menos 100 ppb de iones de metales de transición y en la que el pH es entre 4 y 8.
- 20 2. Una composición según la reivindicación 1, en la que el aceite saturado se selecciona entre ésteres de ácidos grasos, aceites de ácidos grasos, triglicéridos, poliésteres derivados de azúcares y poliésteres de sacarosa y sus mezclas.
3. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en la que el aceite tiene una solubilidad de Hansen entre 14 y 20 (MPa^{0,5}).
- 25 4. Una composición según la reivindicación 3, en la que la solubilidad de Hansen es entre 16 y 18 MPa^{0,5}.
5. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 3 ó 4, en la que la solubilidad de materia grasa de trilaurina sólida en el aceite es de más de 3% en peso.
- 30 6. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la solución acuosa tiene una resistencia iónica de 0,1-4 mol/l.
- 35 7. Una composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende adicionalmente un perfume.
8. Un dispositivo de suministro de pulverización activable que comprende la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7.
- 40 9. Un dispositivo de aplicación previa de manchas seleccionado entre lápices de manchas, bolas rodantes y pinceles que comprende la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
10. Procedimiento para preparar una microemulsión según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende las etapas en secuencia de:
- 45 a. añadir el sistema tensioactivo a un aceite/disolvente,
- b. mezclarlos conjuntamente mediante un agitador elevado,
- 50 c. añadir el PAP y mezclar nuevamente,
- d. añadir ingredientes hidrófobos opcionales,
- 55 e. añadir una fase acuosa que contiene electrolitos.

Figura 1/1

