

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 546 237**

51 Int. Cl.:

C11D 3/00 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.08.2011 E 11748625 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2015 EP 2606112**

54 Título: **Composiciones de tratamiento de materiales textiles que comprenden agentes de beneficio dirigidos**

30 Prioridad:

18.08.2010 WO PCT/CN2010/076087

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

21.09.2015

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

CHEN, HONGGANG;

FERGUSON, PAUL;

JONES, CHRISTOPHER CLARKSON;

MEALING, DAVID RICHARD ARTHUR;

PAN, XIAOYUN y

WANG, JINFANG

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 546 237 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

Composiciones de tratamiento de materiales textiles que comprenden agentes de beneficio dirigidos

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a composiciones de tratamiento de materiales textiles y, más específicamente, a composiciones que comprenden partículas que comprenden un agente de beneficio (preferentemente perfume) y el adyuvante de deposición. La invención también se refiere al suministro del agente de beneficio (preferiblemente perfume) al material textil durante el lavado de ropa.

Antecedentes de la invención

La presente invención se describirá con particular referencia a perfume, aunque se cree que la tecnología puede aplicarse a otros agentes de beneficio usados en procedimientos de tratamiento de materiales textiles.

En aplicaciones de lavado de ropa, se usa la deposición de un perfume, por ejemplo, durante procedimientos de tratamiento de materiales textiles tales como lavado y acondicionamiento de materiales textiles. Los métodos de deposición son diversos e incluyen deposición durante las fases de lavado o aclarado del procedimiento de lavado de ropa o deposición directa antes o después del lavado, tal como mediante pulverización o frotamiento o mediante el uso de láminas impregnadas durante el secado en secadora o aditivos acuosos durante el planchado con vapor. El perfume se incorpora a menudo en un portador o sistema de suministro. Los sistemas portadores para perfumes se basan normalmente en encapsulación o atrapamiento del perfume dentro de una matriz. Tras la deposición sobre una superficie, existe el problema de que la duración de la adherencia a esa superficie del perfume, en un entorno que contiene tensioactivo, es inherentemente escasa. Un perfume que se ha depositado sobre un material textil puede eliminarse por lavado de nuevo durante un lavado principal, o el perfume puede lixiviarse de su portador en el lavado. Por tanto, se requiere la protección del perfume antes y después de que se haya depositado sobre una superficie. Se encuentran muchos de esos mismos problemas con otros agentes de beneficio, que, como el perfume, normalmente son relativamente caros y están presentes en composiciones para el lavado de ropa a niveles relativamente bajos.

El documento WO 07/62833 se refiere a composiciones que comprenden partículas de perfume encapsuladas en núcleo-corteza decoradas con un polisacárido que es sustancialmente celulosa. Polisacáridos preferidos dados a conocer en ese documento son goma de semilla de algarrobo, xiloglucano de tamarindo, goma guar o mezclas de los mismos. Por tanto, se sabe cómo disponer de partículas que comprenden un agente de beneficio (perfume) que usa polisacárido que es sustancialmente celulosa como adyuvante de suministro para ayudar a las partículas a unirse a un sustrato específico. Las composiciones también pueden comprender una o más enzimas. Las enzimas adecuadas dadas a conocer en la referencia incluyen, entre otras, las conocidas como celulasa.

El término celulasa se refiere a una clase de enzimas que muestran una variedad de posibles reacciones sobre una variedad de sustratos. Un problema con los polisacáridos que son sustancialmente celulosa es que tienen una estructura que es generalmente similar a la celulosa, y como tales, resultan atacados por "celulasa".

Se han sugerido adyuvantes de suministro de agente de beneficio similares para poliéster, basados en polímeros que contienen ftalato similares a los denominados polímeros de liberación de suciedad. Estos polímeros de ftalato se ven sometidos a problemas de hidrólisis y no relevantes para algodón.

Varios documentos dan a conocer que materiales celulósicos también funcionan como polímeros de liberación de suciedad y agentes antirredeposición. El uso de éteres de metil y etilcelulosa en composiciones de detergente se da a conocer en la patente estadounidense n.º 2.373.863, Vitalis (1945). Se dan a conocer muchos materiales celulósicos para su uso en detergentes en la patente estadounidense n.º 2.994.665, Reich, *et al.* (1961); véase también la patente estadounidense n.º 3.523.088, Dean, *et al.* (1970). El documento alemán abierto a consulta n.º 1.054.638, Van der Werth, 2 de noviembre de 1956, da a conocer alquilbencenosulfonatos C12 en combinación con derivados de celulosa carboxilados. La patente británica n.º 1.084.061 da a conocer bajas cantidades de materiales celulósicos como estabilizadores para detergentes líquidos. Las patentes británicas n.ºs 927.542; 765.811; y 340.232 también enseñan materiales celulósicos en detergentes.

El documento US 4174305 da a conocer composiciones de detergente de alquilbencenosulfonato que contienen agentes de liberación de suciedad de éter de celulosa. El documento US 4732639 da a conocer que algunos derivados de alquil o alquil/hidroxialquilcelulosa (con un grado de sustitución molar de hasta 3,0) son eficaces como polímeros de liberación de suciedad y/o como polímeros antirredeposición. El documento GB 1314897 da a conocer hidroxipropilmetilcelulosa para su uso como adyuvante antirredeposición y de liberación de suciedad, pero a partir de ese documento (tal como se observa en el documento US 6191093) puede observarse que el rendimiento es algo insatisfactorio sobre artículos de algodón puro. La patente estadounidense 6200351 da a conocer éteres de hidroxialquilcelulosa no iónicos adecuados para su uso como polímeros de liberación de suciedad en combinación con polímeros de liberación de suciedad de poliéster, que incluyen en particular hidroxietil, hidroxipropil y/o

hidroxibutilcelulosas que pueden portar adicionalmente grupos alquil éter, más particularmente, grupos metilo, etilo y/o propilo.

El documento US4973417 da a conocer un granulado de detergente con un recubrimiento entérico para su uso en un detergente en polvo. El gránulo está destinado entre otras cosas a proteger a la enzima frente a la lixiviación durante el almacenamiento del producto. El recubrimiento entérico se disolverá en el líquido de lavado.

El documento EP298222 da a conocer partículas de blanqueo que comprenden un agente de blanqueo, un agente de separación y un recubrimiento externo de un polisacárido soluble en agua.

El documento DE19942581 da a conocer diversas partículas de aroma que se recubren con polisacáridos de nuevo usando procedimientos de secado por pulverización.

El documento WO2007/062833 da a conocer un procedimiento de polimerización en emulsión para la preparación de estructuras reticulares de núcleo-corteza para producir partículas de látex injertadas con polisacárido. Puede incluirse un agente de beneficio de materiales textiles adicional en las partículas.

Existe la necesidad de un sistema de deposición que sea eficaz tanto sobre algodón como sobre poliéster.

Breve descripción de la invención

Se ha determinado ahora que las partículas que comprenden un agente de beneficio que usan hidroxipropilcelulosa como adyuvante de suministro son eficaces tanto sobre algodón como sobre poliéster.

Por consiguiente, un primer aspecto de la presente invención proporciona una partícula de suministro de agente de beneficio que tiene en la superficie externa de la partícula uno o más adyuvantes de suministro que son polisacáridos e incluyen hidroxipropilcelulosa con un peso molecular en exceso de 40 kD, en la que el adyuvante de suministro está unido a la partícula mediante un entrelazamiento o enlace covalente.

Es preferible que el adyuvante de suministro consista esencialmente en hidroxipropilcelulosa.

El beneficio de deposición obtenido es sorprendente ya que cuando no se une hidroxipropilcelulosa (HPC) a una partícula, no muestra una deposición particularmente buena sobre algodón. También es notable que sin la unión de la HPC, la afinidad de la partícula por el algodón puede ser también muy baja. Sin embargo, la combinación de la HPC y la partícula proporciona una deposición excelente sobre poliéster, algodón y combinaciones de los mismos.

Se prevé que un beneficio adicional de las partículas de suministro de agente de beneficio de la presente invención sea que también proporcionen algún beneficio de liberación de suciedad debido a la afinidad potenciada por algodón que obtiene el adyuvante de suministro por su unión a una partícula.

Ventajosamente, el adyuvante de suministro no es propenso a hidrólisis y no resulta atacado por las enzimas que se usan normalmente en composiciones para el lavado de ropa. En una realización preferida, las composiciones de la invención comprenden al menos una enzima con un sustrato de polisacárido. Preferiblemente, ésta se selecciona de hemicelulasa, celulasa (que se prefiere particularmente), poligalacturonasa, xilanasa, pectinasa, mananasa (que también se prefiere particularmente), pectato liasa, ligninasa, pululanasa, pentosanasa, arabinosidasa, hialuronidasa, condroitinasa, lacasa, glicosilhidrolasa y amilasas, o mezclas de las mismas. La estabilidad del adyuvante de suministro en presencia de estas enzimas comunes, particularmente celulasa, proporciona una ventaja significativa con respecto a los sistemas de deposición conocidos anteriormente basados en goma de semilla de algarrobo.

En otra realización preferida, las composiciones de la invención contienen poliesterasa. Pueden estar presente tanto poliesterasa como las enzimas de sustrato de polisacárido.

Preferiblemente, la partícula de suministro de agente de beneficio comprende un polímero distinto del polisacárido.

Preferiblemente, la partícula de suministro de agente de beneficio comprende un perfume.

Preferiblemente, la partícula de suministro de agente de beneficio comprende un núcleo y al menos una corteza. En realizaciones particularmente preferidas, está presente perfume en el núcleo y el adyuvante de suministro se une al exterior de la corteza más externa. Aunque se prefiere que el adyuvante de suministro se una directamente a la corteza, puede unirse por medio de una especie de unión. Por unión quiere decirse que el adyuvante de suministro no se elimina en agua, por tanto el adyuvante de suministro es una parte permanente de la partícula y no un recubrimiento soluble en agua.

En una realización particularmente preferida, la invención proporciona una composición de tratamiento líquida para el lavado de ropa que comprende al menos un tensioactivo aniónico o no iónico, una enzima seleccionada de

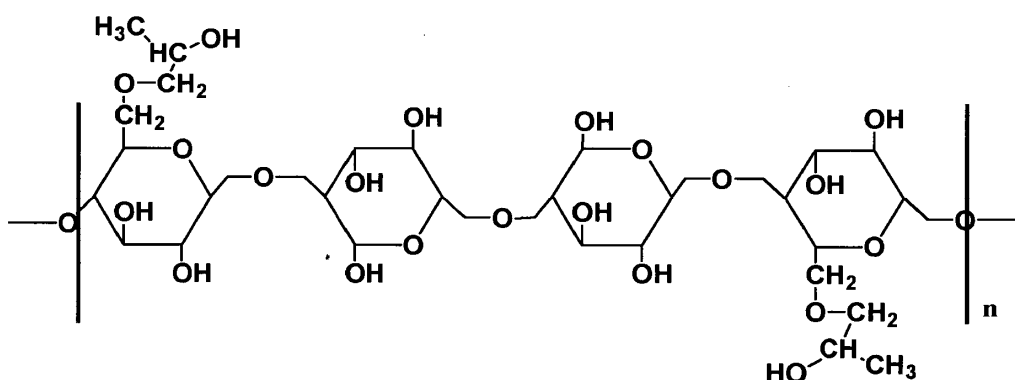
celulosa, mananasa y mezclas de las mismas y partículas poliméricas de núcleo-corteza que comprenden perfume, caracterizada porque se une hidroxipropilcelulosa al exterior de la corteza de las partículas como adyuvante de suministro.

5 Descripción detallada de la invención

Con el fin de que la presente invención pueda comprenderse adicionalmente, se describe a continuación en detalle adicional con referencia particular a características preferidas. Cuando se proporcionan porcentajes, a menos que se describa otra cosa, son porcentajes en peso. De manera similar, todas las razones son razones en peso a menos que se especifique lo contrario. Cuando se facilitan estructuras químicas de polímeros, se facilitan en una forma generalizada que muestra los grupos sustituyentes que están presentes pero que no representa la distribución real de los grupos sustituyentes, o el grado de sustitución.

Adyuvante de suministro:

La hidroxipropilcelulosa (HPC) tiene la estructura de repetición mostrada en términos generalizados a continuación:



Se obtuvieron resultados especialmente buenos cuando la HPC era una que tenía una viscosidad en disolución acuosa al 2% en peso de 1000-4000 mPa.s. Las mediciones de viscosidad de HPC se realizan usando un viscosímetro Brookfield, husillo n.º 3, a 30 rpm. Los materiales de viscosidad inferior se miden usando el husillo n.º 2, a 60 rpm.

La HPC es un éter de celulosa en el que algunos de los grupos hidroxilo en las unidades de repetición de glucosa se han hidroxipropilado formando grupos $-\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ usando óxido de propileno. El número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de glucosa se denomina grado de sustitución (DS). La sustitución completa proporcionaría un DS de 3. Sin embargo, ya que el propio grupo hidroxipropilo contiene un grupo hidroxilo, éste también puede eterificarse durante la preparación de HPC. Cuando se produce esto, el número de moles de grupos hidroxipropilo por anillo de glucosa, moles de sustitución (MS), puede ser superior a 3.

Preferiblemente, la HPC tiene un peso molecular por encima de 50 kD y más preferiblemente por encima de 140 kD, lo más preferiblemente por encima de 500 kD. La mayoría (normalmente alrededor del 75% para un DS de 3) de la masa de HPC se encuentra en los grupos sustituyentes en vez de en la estructura principal.

El DS está normalmente en el intervalo de desde 1,0 hasta 3, más preferiblemente por encima de 1,5 a 3, lo más preferiblemente desde 2,0 hasta 3,0.

Un número de MS típico para la HPC es 1,5-6,5. Preferiblemente el número de MS está en el intervalo de desde 2,8 hasta 4,0, más preferiblemente por encima de 3,0, lo más preferiblemente desde 3,2 hasta 3,8.

Una HPC particularmente preferida tiene un PM de 910 kD y un número de MS de 3,5.

Tal como se observará a partir de los ejemplos adjuntos al presente documento, a medida que el peso molecular se reduce el rendimiento de la HPC como adyuvante de deposición disminuye.

Agentes de beneficio

Los agentes de beneficio proporcionan una variedad de beneficios a la ropa. Estos incluyen beneficios de suavizado, acondicionamiento, lubricación, reducción de las arrugas, facilidad de planchado, humectación, conservación del color y/o anti-formación de bolitas, secado rápido, protección frente a UV, retención de la forma, liberación de suciedad, texturización, repelencia de insectos, beneficio fungicida, de tinción y/o fluorescente para el material textil.

Un beneficio altamente preferido es el suministro de fragancia.

- Agentes de beneficio preferidos son perfumes (ya estén libres y/o encapsulados), profragancias, arcillas, enzimas, antiespumantes, agentes que fluorescen, agentes de blanqueo y precursores de los mismos (incluyendo fotoblanqueo), tintes y/o pigmentos de sombreado, agentes de acondicionamiento de materiales textiles (por ejemplo tensioactivos catiónicos incluyendo siliconas y/o materiales de amonio cuaternario insolubles en agua), lubricantes (por ejemplo poliésteres de azúcar), agentes fotoprotectores (incluyendo filtros solares), antioxidantes, agentes reductores, secuestrantes, aditivos de cuidado del color (incluyendo agentes fijadores de tintes), aceite insaturado, emolientes, repelentes de insectos y/o feromonas, modificadores de la caída (por ejemplo partículas de látex de polímero tales como PVAc) y agentes antimicrobianos y de control de microbios. Pueden emplearse mezclas de dos o más de estos. Se describen agentes de beneficio particulares en detalle adicional a continuación.

Asociación de agentes de beneficio y portadores

- El adyuvante de suministro se une a una partícula que o bien comprende el agente de beneficio *per se* o bien es por sí misma un portador para el agente de beneficio. Un ejemplo de esto sería una partícula que porta perfume con el adyuvante de suministro unido a la superficie de la partícula.

- Aunque se prefiere usar partículas de polímero, preferiblemente partículas encapsuladas de núcleo-corteza, pueden concebirse muchos otros tipos de partícula como portador de agente de beneficio. Se han adsorbido perfumes sobre un material de arcilla o zeolita que entonces se mezcla en composiciones de detergente particuladas: la patente estadounidense n.º 4.539.135 da a conocer compuestos para el lavado de ropa particulados que comprenden un material de arcilla o zeolita que porta perfume. También se enseñan en la técnica combinaciones de perfumes generalmente con zeolitas de tamaño de poro mayor tales como zeolita X e Y. La publicación de patente de Alemania Oriental n.º 248.508 se refiere a dispensadores de perfume que contienen una zeolita de tipo faujasita (por ejemplo, zeolita X e Y) cargadas con perfume. Además, la publicación de patente de Alemania Oriental n.º 137.599, publicada el 12 de septiembre de 1979, enseña composiciones para su uso en agentes de lavado en polvo para proporcionar liberación termorregulada de perfume. Se enseñan las zeolitas A, X e Y para su uso en estas composiciones. Otros sistemas de suministro de perfume se enseñan en los documentos WO 97/34982 y WO 98/41607, publicados por The Procter & Gamble. El documento WO 97/34982 da a conocer partículas que comprenden zeolita cargada con perfume y una barrera de liberación, que es un agente derivado de una cera y que tiene un tamaño (es decir, un área de sección transversal) mayor que el tamaño de las aberturas de poro del portador de zeolita. El documento WO 98/41607 da a conocer partículas vítreas que comprenden agentes útiles para composiciones de limpieza o para el lavado de ropa y un vidrio derivado de uno o más de compuestos hidroxílicos al menos parcialmente solubles en agua.

- Sílices, silicatos amorfos, silicatos no estratificados cristalinos, silicatos estratificados, carbonatos de calcio, sales dobles de carbonato de calcio/sodio, carbonatos de sodio, sodalitas, fosfatos de metales alcalinos, pectina, microperlas de quitina, carboxialquilcelulosas, gomas, resinas, gelatina, goma arábiga, almidones porosos, almidones modificados, carboxialquilalmidones, ciclodextrinas, maltodextrinas, polímeros sintéticos tales como polivinilpirrolidona (PVP), poli(alcohol vinílico) (PVA), éteres de celulosa, poliestireno, poliácridatos, polimetacrilatos, poliolefinas, polímeros de aminoplastos, agentes de reticulación y mezclas de los mismos pueden proporcionar todos ellos una base para las partículas de perfume. Sin embargo, se prefieren partículas de polímero, especialmente partículas de polímero que comprenden un polímero de aminoplasto.

- El agente de beneficio que porta partículas tiene normalmente un tamaño de entre 100 nanómetros y 50 micrómetros. Partículas mayores que éstas entran en el intervalo visible.

- El intervalo de tamaño de partícula preferido está o bien en el intervalo submicrométrico o bien en el intervalo micrométrico.

Las partículas adecuadas en el intervalo submicrométrico incluyen nanopartículas, látex y productos en miniemulsión con un intervalo de tamaño típico de 100-600 nanómetros.

- Las partículas adecuadas en el intervalo micrométrico incluyen tipos conocidos de partículas encapsuladas de melamina/ureaformaldehído, sílice, arcillas, partículas y coacervados de almidón y zeolita con un intervalo de tamaño típico de 1-50 micrómetros, preferiblemente 5-30 micrómetros.

- En un aspecto preferido de la invención, la HPC, como adyuvante de deposición, se une a partículas al menos parcialmente preformadas.

- El adyuvante de suministro se une a la partícula por medio de un entrelazamiento o enlace covalente y lo más preferiblemente por medio de un enlace covalente. Por entrelazamiento tal como se usa en el presente documento quiere decirse que el adyuvante de suministro se adsorbe sobre la partícula a medida que avanza la polimerización y la partícula crece de tamaño. Se cree que en tales circunstancias, parte del adyuvante de suministro adsorbido queda enterrado dentro del interior de la partícula. Por tanto, al final de la polimerización, parte del adyuvante de

suministro queda atrapado y unido en la matriz de polímero de la partícula, mientras que el resto permanece libre para extenderse en la fase acuosa.

5 Preferiblemente, el adyuvante de suministro está unido principalmente a la superficie de la partícula y, no se distribuye, en ningún grado significativo, por todo el volumen interno de la partícula. Por tanto, la partícula que se produce cuando se usa un adyuvante de suministro según el procedimiento preferido de la invención puede concebirse como una "partícula vellosa" (con vellos relativamente rígidos).

10 Las partículas portadoras de polímero de la invención pueden comprender una amplia selección de unidades de monómero. Por "unidades de monómero" tal como se usa en el presente documento quiere decirse las unidades de monómero de la cadena de polímero, por tanto las referencias a "una partícula de polímero que comprende unidades de monómero insolubles" tal como se usa en el presente documento significa que las partículas de polímero se derivan de monómeros insolubles, y así sucesivamente.

15 Tal como se indicó anteriormente, las unidades de monómero se derivan preferiblemente de monómeros que son adecuados para cualquier etapa de polimerización por crecimiento o polimerización por adición/radicales libres.

20 Cuando la propia partícula no es el agente de beneficio, el agente de beneficio está presente normalmente en una cantidad de desde el 10-85% en peso total de la partícula portadora, preferiblemente desde el 20 hasta el 75% en peso total de la partícula.

Perfume como agente de beneficio

25 El perfume tiene de manera adecuada un peso molecular de desde 50 hasta 500. Cuando se usan profragancias, el peso molecular será generalmente superior.

30 Los componentes útiles del perfume incluyen materiales de origen tanto natural como sintético. Incluyen compuestos individuales y mezclas. Pueden encontrarse ejemplos específicos de tales componentes en la bibliografía actual, por ejemplo, en Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 de M. B. Jacobs, editado por Van Nostrand; o Perfume and Flavour Chemicals de S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (EE.UU.). Estas sustancias las conoce bien el experto en la técnica de perfumado, saborización y/o aromatización de productos de consumo, es decir, de conferir un olor y/o un aroma o sabor a un producto de consumo tradicionalmente perfumado o aromatizado, o de modificar el olor y/o sabor de dicho producto de consumo.

35 Por perfume, en este contexto, no sólo quiere decirse una fragancia de producto completamente formulado, sino también componentes seleccionados de esa fragancia, particularmente los que son propensos a perderse, tales como las denominadas "notas de salida". El componente de perfume también podría estar en forma de una profragancia. El documento WO 2002/038120 (P&G), por ejemplo, se refiere a conjugados de profragancias fotolábiles que tras su exposición a la radiación electromagnética pueden liberar una especie fragante.

40 Las notas de salida se definen por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Los ejemplos de notas de salida bien conocidas incluyen aceites de cítricos, linalool, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. Las notas de salida comprenden normalmente el 15-25% en peso de una composición de perfume y en las realizaciones de la invención que contienen un nivel aumentado de notas de salida, se prevé que al menos el 20% en peso esté presente dentro de la partícula encapsulada.

45 Los componentes de perfume típicos que es ventajoso encapsular incluyen aquellos con un punto de ebullición relativamente bajo, preferiblemente aquellos con un punto de ebullición de menos de 300, preferiblemente de 100-250°C.

50 También es ventajoso encapsular componentes de perfume que tienen un LogP bajo (es decir, aquellos que se repartirán en agua), preferiblemente con a LogP de menos de 3,0. Estos materiales, de punto de ebullición relativamente bajo y LogP relativamente bajo se han denominado componentes de perfume de "floración retrasada" e incluyen los siguientes materiales:

55 caproato de alilo, acetato de amilo, propionato de amilo, aldehído anísico, anisol, benzaldehído, acetato de bencilo, bencilacetona, alcohol bencílico, formiato de bencilo, isovalerato de bencilo, propionato de bencilo, beta-gamma-hexenol, goma de alcanfor, laevo-carvona, d-carvona, alcohol cinámico, formiato de cinamilo, cis-jasmona, acetato de cis-3-hexenilo, alcohol cumínico, ciclal c, dimetilbencilcarbinol, acetato de dimetilbencilcarbinol, acetato de etilo, acetoacetato de etilo, etil amil cetona, benzoato de etilo, butirato de etilo, etil hexil cetona, acetato de etilfenilo, eucaliptol, eugenol, acetato de fenquilo, acetato de flor (acetato de triciclodecenilo), fruteno (propionato de triciclodecenilo), geraniol, hexenol, acetato de hexenilo, acetato de hexilo, formiato de hexilo, alcohol hidratrópico, hidroxicitronelal, indona, alcohol isoamílico, isomentona, acetato de isopulegilo, isoquinolona, ligustral, linalool, óxido de linalool, formiato de linalilo, mentona, acetofenona de mentilo, metil amil cetona, antranilato de metilo, benzoato de metilo, acetato de metilbenilo, metileugenol, metilheptenona, carbonato de metilhepteno, metil heptil cetona, metil hexil cetona, acetato de metilfenilcarbinilo, salicilato de metilo, antranilato de metil-n-metilo, nerol, octalactona,

alcohol octílico, p-cresol, metil éter de p-cresol, p-metoxiacetofenona, p-metilacetofenona, fenoxietanol, fenilacetaldéhid, acetato de feniletilo, alcohol feniletílico, feniletildimetilcarbinol, acetato de prenilo, bornato de propilo, pulegona, óxido de rosa, safrol, 4-terpinenol, alfa-terpinenol y /o viridina.

5 Es común que una pluralidad de componentes de perfume estén presentes en una formulación. En las partículas encapsuladas de la presente invención, se prevé que habrá cuatro o más, preferiblemente cinco o más, más preferiblemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfume diferentes de la lista proporcionada de perfumes de floración retrasada facilitada anteriormente presentes en el perfume encapsulado.

10 Parte de o todo el perfume puede estar en forma de una profragancia. Para los fines de la presente invención, una profragancia es cualquier material que comprende un precursor de fragancia que puede convertirse en una fragancia.

Profragancias adecuadas son las que generan componentes de perfume que son aldehídos. Los aldehídos útiles en perfumería incluyen pero no se limitan a fenilacetaldéhid, p-metilfenilacetaldéhid, p-isopropilfenilacetaldéhid, metinonilacetaldéhid, fenilpropanal, 3-(4-t-butilfenil)-2-metilpropanal, 3-(4-t-butilfenil)-propanal, 3-(4-metoxifenil)-2-metilpropanal, 3-(4-isopropilfenil)-2-metilpropanal, 3-(3,4-metilendioxfenil)-2-metilpropanal, 3-(4-etilfenil)-2,2-dimetilpropanal, fenilbutanal, 3-metil-5-fenilpentanal, hexanal, trans-2-hexenal, cis-hex-3-enal, heptanal, cis-4-heptenal, 2-etil-2-heptenal, 2,6-dimetil-5-heptenal, 2,4-heptadienal, octanal, 2-octenal, 3,7-dimetiloctanal, 3,7-dimetil-2,6-octadien-1-al, 3,7-dimetil-1,6-octadien-3-al, 3,7-dimetil-6-octenal, 3,7-dimetil-7-hidroxiocetan-1-al, nonanal, 6-nonanal, 2,4-nonadienal, 2,6-nonadienal, decanal, 2-metildecenal, 4-decenal, 9-decenal, 2,4-decadial, undecanal, 2-metilundecanal, 2,6,10-trimetil-9-undecenal, undec-10-enilaldehído, undec-8-enal, dodecanal, tridecanal, tetradecanal, anisalaldehído, bourgenonal, aldehído cinámico, a-amilcinam-aldehído, a-hexilcinamalaldehído, metoxi-cinamalaldehído, citrónelal, hidroxi-citrónelal, isociclocitral, citróneliloxiacetaldéhid, cortexaldehído, aldehído cumínico, ciclamenalaldehído, florhidral, heliotropina, aldehído hidrotrópico, lialal, vainillina, etilvainillina, benzaldehído, p-metilbenzalaldehído, 3,4-dimetoxibenzaldehído, 3- y 4-(4-hidroxi-4-metil-pentil)-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído, 2,4-dimetil-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído, 1-metil-3-(4-metilpentil)-3-ciclohexen-carboxaldehído, p-metilfenoxiacetaldéhid, y mezclas de los mismos.

30 Otro grupo de perfumes con los que puede aplicarse la presente invención son los denominados materiales de "aromaterapia". Estos incluyen muchos componentes también usados en perfumería, incluyendo componentes de aceites esenciales tales como amaro, eucalipto, geranio, lavanda, extracto de macis, neroli, nuez moscada, menta verde, hoja de violeta dulce y valeriana. Por medio de la presente invención, estos materiales pueden transferirse a artículos textiles que se llevarán puestos o entrarán en contacto de otro modo con el cuerpo humano (tales como pañuelos y ropa de cama).

El perfume puede encapsularse solo o encapsularse conjuntamente con materiales portadores, adyuvantes de deposición y/o fijadores adicionales. Los materiales preferidos que van a encapsularse conjuntamente en partículas portadoras con el perfume incluyen ceras, parafinas, estabilizadores y fijadores.

40 Un componente opcional aunque preferido de partículas portadoras es un eliminador de formaldehído. Esto es particularmente ventajoso en partículas portadoras que pueden comprender formaldehído como consecuencia de sus componentes o proceso de fabricación. El eliminador de formaldehído se elige de: bisulfito de sodio, urea, cisteína, cisteamina, lisina, glicina, serina, carnosina, histidina, glutatión, ácido 3,4-diaminobenzoico, alantoína, glicourilo, ácido antranílico, antranilato de metilo, 4-aminobenzoato de metilo, acetoacetato de etilo, acetoacetamida, malonamida, ácido ascórbico, dímero de 1,3-dihidroxiacetona, biuret, oxamida, benzoguanamina, ácido piroglutámico, pirogalol, galato de metilo, galato de etilo, galato de propilo, trietanolamina, succinamida, tiabendazol, benzotriazol, triazol, indolina, ácido sulfanílico, oxamida, sorbitol, glucosa, celulosa, poli(alcohol vinílico), poli(vinilamina), hexanodiol, etilendiamina-N,N'-bisacetoacetamida, N-(2-etilhexil)acetoacetamida, N-(3-fenilpropil)acetoacetamida, lialal, helional, melonal, triplal, 5,5-dimetil-1,3-ciclohexanodiona, 2,4-dimetil-3-ciclohexenocarboxaldehído, 2,2-dimetil-1,3-dioxan-4,6-diona, 2-pentanona, dibutilamina, trietilentetramina, bencilamina, hidroxicitrónelol, ciclohexanona, 2-butanona, pentanodiona, ácido deshidroacético, quitosano, o una mezcla de los mismos. Eliminadores de formaldehído preferidos son bisulfito de sodio, acetoacetato de etilo, acetoacetamida, etilendiamina-N,N'-bisacetoacetamida, ácido ascórbico, 2,2-dimetil-1,3-dioxan-4,6-diona, helional, triplal, lialal y mezclas de los mismos.

Enzimas

60 Se prefiere que las composiciones según la invención comprendan una o más enzimas. Cuando están presentes en una composición de limpieza, las enzimas mencionadas anteriormente pueden estar presentes a niveles de desde aproximadamente el 0,0001% en peso hasta aproximadamente el 2% en peso, desde aproximadamente el 0,0001% en peso hasta aproximadamente el 1% en peso o incluso desde aproximadamente el 0,001% en peso hasta aproximadamente el 0,5% en peso de proteína enzimática en peso de la composición.

65 Detalles del procedimiento

El procedimiento para la preparación de las partículas es preferiblemente un procedimiento de dos etapas en el que la primera etapa forma una partícula que comprende el agente de beneficio y la segunda etapa aplica un recubrimiento a la cápsula que incluye la HPC como adyuvante de deposición. La primera etapa puede ser una polimerización o bien por crecimiento en etapas o bien por adición y la segunda etapa es preferiblemente una polimerización por adición.

Como alternativa, puede formarse una partícula que no contiene el agente de beneficio pero que puede adsorberlo en algún momento posterior. Esta partícula se decora entonces con el adyuvante de deposición realizando de ese modo un procedimiento de dos etapas análogo al descrito anteriormente. La partícula se expone posteriormente al agente de beneficio que difunde al interior de la partícula. De manera conveniente, esto puede realizarse en el producto, por ejemplo añadiendo las partículas con adyuvante de deposición a un producto parcial o completamente formulado que contiene el agente de beneficio. El agente de beneficio se adsorbe entonces por la partícula y se retiene dentro de la partícula durante el uso del producto, de modo que al menos algo del agente de beneficio se libera de las partículas tras el procedimiento de tratamiento de materiales textiles, cuando las partículas se han depositado sobre el material textil.

Se proporcionan clases adecuadas de monómeros para la polimerización por crecimiento en etapas en el grupo que consiste en la clase de melamina/urea/formaldehído, la clase de isocianato/diol (preferiblemente los poliuretanos) y poliésteres.

Se prefieren la clase de melamina/urea/formaldehído y los poliuretanos.

Se proporcionan clases adecuadas de monómeros para la polimerización por adición/radicales libres en el grupo que consiste en olefinas, etileno, monómeros vinil aromáticos, ésteres de alcohol vinílico con ácidos mono y dicarboxílicos, ésteres de ácidos mono y dicarboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados con alcoholes, nitrilos de ácidos carboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados, dienos conjugados, ácidos monocarboxílicos y dicarboxílicos α,β -monoetilénicamente insaturados y sus amidas, ácido metacrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, ácido acrílico y sus ésteres con alcoholes y dioles, maleato de dimetilo o di-n-butilo, y ácido vinil-sulfónico y sus sales solubles en agua, y mezclas de los mismos. La partícula de polímero puede comprender mezclas de unidades de monómero.

La partícula de polímero puede comprender opcionalmente monómeros que son agentes de reticulación. Tales agentes de reticulación pueden tener al menos dos dobles enlaces etilénicamente insaturados no conjugados. Ejemplos son diacrilatos y dimetacrilatos de alquilenglicol. Un tipo adicional de monómeros de reticulación adecuados son los que están conjugados, tales como divinilbenceno. Si están presentes, estos monómeros constituyen desde el 0,1 hasta el 10% en peso, basándose en la cantidad total de monómeros que van a polimerizarse.

Los monómeros se seleccionan preferiblemente de : estireno; α -metilestireno; o-cloroestireno; acetato de vinilo; propionato de vinilo; n-butirato de vinilo; ésteres de ácido acrílico, metacrílico, maleico, fumárico o itacónico con alcohol metílico, etílico, n-butílico, isobutílico, n-hexílico y 2-etilhexílico; 1,3-butadieno; 2,3-dimetilbutadieno; e isopreno. Los monómeros preferidos son acetato de vinilo y acrilato de metilo.

Opcionalmente, los monómeros se usan como comonómeros con uno o más de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, monoacrilatos y monometacrilatos de poli(óxido de alquileo), N-vinilpirrolidona, ácido metacrílico y acrílico, acrilatos y metacrilatos de 2-hidroxietilo, acrilatos y metacrilatos de glicerol, metacrilatos y acrilatos de poli(etilenglicol), n-vinilpirrolidona, acrilolmorfolina, vinilformamida, n-vinilacetamida y vinilcaprolactona, acrilonitrilo (71 g/l), acrilamida y metacrilamida a niveles de menos del 10% en peso del contenido en unidad de monómero de la partícula; metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-(dietilamino)etilo, metacrilato de 2-(terc-butilamino), metacrilato de 2-aminoetilo, metacrilato de 2-(2-oxo-1-imidazolidinil)etilo, vinilpiridina, vinilcarbazol, vinilimidazol, vinilalanina, y sus formas catiónicas tras el tratamiento con haluros de alquilo.

Los agentes de reticulación opcionales incluyen viniltoluenos, divinilbenceno, diacrilato de etilenglicol, diacrilato de 1,2-propilenglicol, diacrilato de 1,3-propilenglicol, diacrilato de 1,3-butilenglicol, diacrilatos de 1,4-butilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de 1,2-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-propilenglicol, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, dimetacrilato de 1,4-butilenglicol, divinilbenceno, metacrilato de vinilo, acrilato de vinilo, metacrilato de alilo, acrilatos de alilo, maleato de dialilo, fumarato de dialilo, metilenbisacrilamida, acrilato de ciclopentadienilo y cianurato de trialilo.

Es preferible que la razón de los monómeros usados en la formación de corteza global y los usados en la unión del adyuvante de deposición sea una razón de 100:1 a 5:1 (como formador de corteza a granel : grupo de unión de deposición). Preferiblemente, la razón es de 100:1 - 50:1.

Tal como se indicó anteriormente, el procedimiento para la preparación de las partículas es preferiblemente un procedimiento de dos etapas en el que la primera etapa forma una cápsula alrededor del agente de beneficio y la segunda etapa aplica un recubrimiento a la cápsula que incluye el adyuvante de deposición. La primera etapa puede

ser una polimerización o bien por crecimiento en etapas o bien por adición y la segunda etapa es preferiblemente una polimerización por adición.

Se prefiere particularmente que la primera etapa use monómeros seleccionados de melamina/urea-formaldehído o metil-metacrilato o isocianato/diol, y la segunda etapa use monómeros seleccionados acetato de vinilo y/o acrilato de metilo.

Se prefiere particularmente que el adyuvante de deposición no se añada hasta la segunda etapa.

Para la polimerización por crecimiento en etapas generalmente es necesario algo de calentamiento para hacer que la polimerización avance. También pueden estar presentes iniciadores y agentes de transferencia de cadena en la mezcla de polimerización cuando se hace uso de cualquier polimerización por adición. Los expertos en la técnica reconocerán que se requerirá generalmente un iniciador químico para la polimerización por polimerización pero que hay casos en los que serán posibles formas alternativas de iniciación, por ejemplo iniciación ultrasónica o iniciación mediante irradiación.

El iniciador es preferiblemente un compuesto o compuestos químicos que pueden formar radicales libres. Normalmente, pueden formarse radicales libres o bien mediante escisión homolítica (es decir homólisis) de un enlace sencillo o mediante transferencia de un único electrón a o desde un ión o molécula (por ejemplo reacciones redox). De manera adecuada, en el contexto de la invención, puede lograrse la homólisis mediante la aplicación de calor (normalmente en el intervalo de desde 50 hasta 100°C). Algunos ejemplos de iniciadores adecuados en esta clase son los que poseen grupos peróxido (-O-O-) o azo (-N=N-), tales como peróxido de benzoílo, peróxido de t-butilo, peróxido de hidrógeno, azobisisobutironitrilo y persulfato de amonio. También puede lograrse la homólisis mediante la acción de la radiación (habitualmente ultravioleta), en cuyo caso se denomina fotólisis. Ejemplos son la disociación de 2,2'-azobis(2-cianopropano) y la formación de radicales libres a partir de benzofenona y benzoína. También pueden usarse reacciones redox para generar radicales libres. En este caso, se aparea un agente oxidante con un agente reductor que entonces experimentan una reacción redox. Algunos ejemplos de parejas apropiadas en el contexto de la invención son persulfato de amonio/metabisulfito de sodio, hidroperóxido de cumilo/ión ferroso y peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico.

Se seleccionan iniciadores preferidos de los siguientes:

Homolíticos: peróxido de benzoílo, peróxido de t-butilo, peróxido de hidrógeno, azobisisobutironitrilo, persulfato de amonio, 2,2'-azobis(cianopropano), benzofenona, benzoína.

Redox: mezcla de persulfato de amonio/metabisulfito de sodio, mezcla de hidroperóxido de cumilo/ión ferroso y/o mezcla de peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico.

Iniciadores preferidos son persulfato de amonio y mezcla de peróxido hidrógeno/ácido ascórbico. El nivel preferido de iniciador está en el intervalo de desde el 0,1 hasta el 5,0% p/p en peso de monómero, más preferiblemente, el nivel está en el intervalo de desde el 1,0 hasta el 3,0% p/p en peso de monómero.

Pueden usarse opcionalmente agentes de transferencia de cadena. Un agente de transferencia de cadena contiene átomos de hidrógeno muy lábiles que se abstraen fácilmente por una cadena de polímero en propagación. Esto termina la polimerización del polímero en crecimiento, pero genera un nuevo sitio reactivo en el agente de transferencia de cadena que entonces puede proceder a iniciar una polimerización adicional del monómero restante. Los agentes de transferencia de cadena en el contexto de la invención contienen normalmente funcionalidad tiol (mercaptano) y pueden representarse mediante la fórmula química general RS-H, tal como n-dodecilmercaptano y 2-mercaptoetanol. Agentes de transferencia de cadena preferidos son monotioglicerol y n-dodecilmercaptano, usados a niveles de, preferiblemente desde el 0 hasta el 5% p/p basándose en el peso del monómero y más preferiblemente a un nivel del 0,25% p/p basándose en el peso del monómero.

El producto preferido de un procedimiento de este tipo es una suspensión o dispersión que comprende el 30-50% de sólidos.

La unión del adyuvante de deposición a la partícula puede realizarse por medio de, por ejemplo, un acoplamiento con EDAC. Sin embargo, un procedimiento particularmente preferido es uno en el que:

a) se usa polimerización en emulsión para formar partículas de núcleo-corteza y,

b) se forma una capa de polímero adicional sobre la superficie externa de las partículas en presencia de hidroxipropilcelulosa.

Preferiblemente el polímero es melamina/formaldehído.

Composiciones de tratamiento para el lavado de ropa

Las partículas de la invención unidas al adyuvante de suministro pueden incorporarse en composiciones para el lavado de ropa. Esto puede realizarse mezclando un producto de suspensión/dispersión con parte de o todos los demás componentes de la composición, para polvos preferiblemente mediante pulverización sobre los componentes.

Ventajosamente, no es necesario que la suspensión/dispersión se seque exhaustivamente (si acaso algo) y esto reduce las pérdidas de agente de beneficio.

Las partículas se incluyen normalmente en dichas composiciones a niveles de desde el 0,001% hasta el 10%, preferiblemente desde el 0,005% hasta el 5%, lo más preferiblemente desde el 0,01% hasta el 3% en peso de la composición total.

El principio activo en las composiciones es preferiblemente un agente activo de superficie o un agente de acondicionamiento de materiales textiles. Puede incluirse más de un principio activo. Para algunas aplicaciones puede usarse una mezcla de principios activos.

Las composiciones de la invención pueden estar en cualquier forma física, por ejemplo un sólido tal como un polvo o gránulos, un comprimido, una barra sólida, una pasta, gel o líquido, especialmente, un líquido de base acuosa. En particular, las composiciones pueden usarse en composiciones para el lavado de ropa, especialmente en una composición para el lavado de ropa líquida, en polvo o en comprimidos. Se prefieren particularmente líquidos ya que los problemas de hidrólisis y ataque enzimático sobre el adyuvante de deposición son más marcados en composiciones líquidas.

Las composiciones de la presente invención son preferiblemente composiciones para el lavado de ropa, especialmente composiciones de lavado principal (lavado de materiales textiles) o composiciones de suavizado añadidas en el aclarado. Las composiciones de lavado principal pueden incluir un agente de suavizado de materiales textiles y las composiciones de suavizado de materiales textiles añadidas en el aclarado pueden incluir compuestos activos de superficie, particularmente compuestos activos de superficie no iónicos.

Las composiciones de detergente de la invención pueden contener un compuesto activo de superficie (tensioactivo) que puede elegirse de jabón y compuestos activos de superficie aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros y zwitteriónicos distintos de jabón y mezclas de los mismos. Están disponibles muchos compuestos activos de superficie adecuados y se describen completamente en la bibliografía, por ejemplo, en "Surface-Active Agents and Detergents", volúmenes I y II, de Schwartz, Perry y Berch.

Los compuestos activos de superficie preferidos que pueden usarse son jabones y compuestos no iónicos y aniónicos distintos de jabón sintéticos.

Ejemplos

Con el fin de que la presente invención pueda comprenderse adicionalmente y ponerse en práctica se describirá adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos. En los ejemplos, como en el resto de la memoria descriptiva, todos los porcentajes son en peso a menos que se especifique lo contrario.

Se suministraron polvos de hidroxipropilcelulosa (HPC) con las marcas comerciales H0386, H0473, H0474 y H0475 por Tokyo Chemical Industry Co., LTD (TCI) y en la siguiente tabla se muestra la viscosidad de las muestras en disolución acuosa al 2%:

| | viscosidad en disolución acuosa al 2% a 20°C |
|-------|--|
| H0386 | 150-400 mPa.s |
| H0473 | 3-6 mPa.s |
| H0474 | 6-10 mPa.s |
| H0475 | 1000-4000 mPa.s |

Ejemplo 1: Rendimiento de deposición de HPC sobre materiales textiles

Se midió la adsorción de muestras de HPC sobre poliéster y algodón con LAS y Synperonic™ A7 como disolución madre de tensioactivo. El protocolo de medición se describe tal como sigue:

Para una formulación de prueba, se adquirió sal de sodio de ácido dodecylbencenosulfónico (LAS) de Aldrich. Se obtuvo Synperonic A7, un etoxilato de alcohol graso, tensioactivo no iónico (NI) de Uniqema. Se suministraron carbonato de sodio y carbonato de potasio por Shanghai Lingfeng Chemical Reagent Co., Ltd, y se suministró bicarbonato de sodio por Shanghai Hongguang Co., Ltd.

a) Preparación de disoluciones madre

Se preparó una disolución madre de tensioactivo disolviendo LAS (5.000 g) y NI (5.000 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tensioactivo de la disolución final es 10.000 g/l (el 50% de LAS, el 50% de NI). Se preparó la disolución madre de tampón de base disolviendo carbonato de sodio (7,547 g) y bicarbonato de sodio (2,420 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tampón de base es 0,1 M. Se preparó la disolución madre de HPC disolviendo 0,100 g de HPC en 100 ml de agua desionizada y agitando a 25°C durante la noche para obtener una concentración de polímero de 1,0 g/l.

b) Procedimiento de lavado de frascos

Se utilizó un aparato de agitación a temperatura constante (plataforma modelo THZ, suministrado por Shanghai Jing Hong laboratory instrument Co. Ltd.) para simular el procedimiento de lavado para la evaluación de los rendimientos de deposición. El procedimiento típico se describe a continuación.

Se colocaron un trozo de poliéster tricotado que no fluoresce (alrededor de 5,0 g con 20x20 cm) o tres trozos (10x10 cm) de tejido de algodón (en total alrededor de 4,7 g) en un frasco de 60 ml que contenía el líquido de lavado modelo (tensioactivo mixto 1,0 g/l, tampón de base 0,01 M) y muestra de HPC con diferente concentración (0,64 g/l, 0,40 g/l o 0,24 g/l) y se selló el frasco. Se preparó como control un frasco que contenía líquido de lavado modelo y tejido pero no muestra de HPC. El fin era comprobar si el tejido producía algún cambio en los niveles de absorbancia por sí mismo. Se calentó el baño con agitador hasta 40°C y se fijaron los frascos en el mismo y se agitaron a 125 rpm durante 45 min. Se extrajo líquido de lavado antes/después de la agitación para su evaluación adicional.

c) Cálculo cuantitativo de la deposición

Se utilizó el procedimiento de fenol-sulfúrico para la determinación de la concentración de HPC (Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Roberts, P.A. y Smith, F., 1956, Colorimetric method for the determination of sugars and related substances. Analytical Chemistry 28, 350-356). Se muestra un procedimiento típico a continuación: se transfirieron 2,0 ml de disolución de polímero a un vial de vidrio de 20 ml. A esta disolución se le añadieron 1,0 ml de una disolución de fenol al 5% (p/p) en agua destilada y se agitó suavemente la disolución. Entonces, se añadieron gota a gota 5,0 ml ácido sulfúrico concentrado (precaución: esto da lugar a una reacción muy exotérmica). Se permitió que la disolución se enfriara durante al menos 45 minutos antes de que se midiera la absorbancia a 489 nm. Pudo calcularse la cantidad de deposición de muestra de HPC sobre el material textil basándose en la diferencia de absorbancia de HPC en el líquido de lavado antes/después de la evaluación de la deposición.

d) Resultados de la evaluación de la deposición

Los resultados de la deposición de muestras de HPC sobre poliéster y algodón se ilustran en la siguiente tabla que muestra mg/g: mg de polímero depositados por g de material textil:

| Código de HPC | Concentración (g/l) | Cantidad adsorbida sobre poliéster tras el lavado principal (mg/g) | Cantidad adsorbida sobre algodón tras el lavado principal (mg/g) |
|---------------|---------------------|--|--|
| H0386 | 0,24 | 4,0 | - |
| H0386 | 0,40 | 2,9 | - |
| H0473 | 0,24 | 1,4 | - |
| H0473 | 0,40 | 2,2 | - |
| H0474 | 0,24 | 3,0 | - |
| H0474 | 0,40 | 2,9 | - |
| H0474 | 0,64 | 0,8 | - |
| H0475 | 0,24 | 2,1 | - |
| H0475 | 0,40 | 4,1 | - |
| H0475 | 0,64 g/l | 0,9 | 2,4 |

Estos resultados muestran que las muestras de HPC mostraron un rendimiento de deposición evidente sobre poliéster y, en un caso sólo y cuando se usaron a niveles relativamente altos sobre algodón.

Ejemplo 2: Unión a la superficie de HPC sobre partículas de látex (600 nm) por medio de acoplamiento con EDAC

Se obtuvo cloruro de hidrógeno de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDAC) de Alfa Aesar y el resto de productos químicos se obtuvieron de Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

a) Síntesis de partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo (600 nm)

Se sintetizaron partículas de poliestireno funcionalizado con carboxilo mediante polimerización en emulsión libre de emulsionante. Se cargó un matraz de tres bocas de 250 ml con 9,230 g de estireno, 0,196 g de acrilato de metilo y 90 ml de agua desionizada. Se mantuvieron un manto de nitrógeno y una velocidad de agitación de 350 rpm. Se

desoxigenó esta disolución burbujeando con nitrógeno durante 1,0 h. Tras una desoxigenación exhaustiva, se aumentó la temperatura hasta 70°C y se inyectó una disolución de 0,089 g de persulfato de potasio en 3 ml de agua. Se permitió que la mezcla reaccionara a 70°C durante 16 h. Tras permitir que se enfriara hasta temperatura ambiente, se filtró el coloide y entonces se recogió.

5

b) Purificación de partículas de látex

Se purificó la partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo (600 nm, el 7,1% de sólidos) por medio del siguiente procedimiento: Etapa 1: se diluyeron 1,0 ml de látex con 0,5 ml de tampón pH 9,01 y se centrifugaron a 10000 rpm durante 15 minutos. Etapa 2: Se eliminó el sobrenadante por decantación. Se redispersó el látex en 1,0 ml de tampón pH 7. Se centrifugó el látex de nuevo a 10000 rpm durante 15 minutos. Se repitió una vez el lavado en tampón pH 7. Etapa 3: Se eliminó el sobrenadante por decantación. Se redispersó el látex en 1,0 ml de agua desionizada. Se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Se repitió también una vez el lavado en agua desionizada.

15

c) Injerto de H0475 sobre partículas de látex (600 nm) por medio de acoplamiento con EDAC

Se redispersó el látex purificado (1,0 ml, el 7,1% de sólidos) en disolución de EDAC (0,027 g en 1,0 ml de agua desionizada) y se agitó a 25°C durante 3 horas. Entonces se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se purificó en tampón pH 7 y agua desionizada según las etapas 2 y 3 mostradas en el ejemplo 2b. Entonces se redispersó el látex en 14 g de H0475 al 0,1% (p/p) en disolución de agua desionizada. Se agitó la dispersión a 25°C durante 18 horas. Tras esto, se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se purificó en tampón pH 7 y agua desionizada de nuevo según las etapas 2 y 3 mostradas en el ejemplo 2b. Por último, se redispersó el látex en agua desionizada para dar una dispersión de látex final de HPC injertado sobre partículas con un contenido en sólidos del 1,0% (p/p).

25

d) Preparación del ejemplo comparativo (látex de poliestireno sin H0475 unida a la superficie)

Se preparó una muestra comparativa (control) sin ninguna adición de H0475 según el procedimiento idéntico mostrado en el ejemplo 2a. El contenido en sólidos final del látex se ajustó al 1,0% (p/p).

30

Ejemplo 3: Rendimiento de deposición de látex de poliestireno (600 nm) sobre materiales textiles

Los suministros de látex de poliestireno (600 nm, con o sin H0475) se evaluaron con LAS y Synperonic A7 como disolución madre de tensioactivo usando el aparato de agitación a temperatura constante (plataforma modelo THZ, suministrado por Shanghai Jing Hong laboratory instrument Co., Ltd.).

35

a) Preparación de disoluciones madre

Se preparó una disolución madre de tensioactivo disolviendo LAS (5,0 g) y NI (5,0 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tensioactivo de la disolución final es de 10 g/l (el 50% del LAS, el 50% de NI). Se preparó una disolución madre de tampón de base disolviendo carbonato de sodio (7,546 g) y bicarbonato de sodio (2,419 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tampón de base es 0,1 M.

45

b) Procedimiento de lavado de frascos

Se utilizó la agitación a temperatura constante para simular el procedimiento de lavado para la evaluación de los rendimientos de deposición. El procedimiento típico se describe a continuación:

Se prepararon 55 ml de líquido de lavado modelo (tensioactivo 1,0 g/l, tampón de base 0,01 M) que contenían 600 ppm de látex de poliestireno (600 nm) con o sin H0475 en un frasco de 60 ml y se extrajo una alícuota de 5,0 ml para el registro de la absorbancia a 400 nm. Este valor de absorbancia representa el 100% de partículas en la disolución de lavado antes del procedimiento de lavado de frascos.

50

Se colocaron entonces dos trozos (10x10 cm) de poliéster tricotado que no fluoresce (en total alrededor de 2,42 g) o dos trozos (10x10 cm) de material textil de algodón (en total alrededor de 3,16 g) en el frasco y se selló el frasco. Se calentó el baño con agitador hasta una temperatura diferente para un experimento diferente (25°C o 40°C) y se fijó el frasco en el mismo y se agitó a 125 rpm durante 30 minutos para simular el lavado principal. Entonces se retiraron los materiales textiles y se escurrieron a mano y se extrajo una alícuota de 5,0 ml de la disolución de lavado principal para el registro de la absorbancia a 400 nm. Pudo determinarse la cantidad de látex de poliestireno adsorbido sobre el material textil mediante la diferencia de turbidez antes/después de la fase de lavado principal.

60

Entonces se aclaró meticulosamente el frasco. Se pusieron de nuevo los materiales textiles escurridos en los frascos y se añadieron 50 ml de agua DI. Se agitó el frasco a 25°C (o 45°C) durante 10 minutos a 125 rpm para simular un procedimiento de aclarado. Entonces se retiraron los materiales textiles y se escurrieron a mano de nuevo. Se extrajo una alícuota de 5,0 ml de la disolución de aclarado para el registro de la absorbancia a 400 nm. Pudo

65

determinarse la cantidad perdida de látex de poliestireno adsorbido del material textil en la fase de aclarado 1 según la turbidez. Se repitió una vez el procedimiento de aclarado y pudo determinarse la cantidad perdida de látex de poliestireno del material textil en la fase de aclarado 2.

5 c) Resultados de la evaluación de la deposición

Los resultados de deposición de látex de poliestireno (600 nm, con o sin H0475) sobre poliéster o algodón se ilustran en la siguiente tabla como mg/g: mg de deposición de polímero por g de material textil (los ejemplos que son realizaciones de la invención se muestran en negrita):

10

| Muestra | Tipo de material textil | Temp. de lavado | Cantidad adsorbida tras el lavado principal (mg/g) | Cantidad adsorbida tras el aclarado 1 (mg/g) | Cantidad adsorbida tras el aclarado 2 (mg/g) |
|---------------------------------------|-------------------------|-----------------|--|--|--|
| Ejemplo comparativo (control) | Poliéster | 25°C | 0 | 0 | 0 |
| Partícula modificada con H0475 | Poliéster | 25°C | 3,9 | 3,7 | 3,5 |
| Ejemplo comparativo (control) | Algodón | 25°C | 0 | 0 | 0 |
| Partícula modificada con H0475 | Algodón | 25°C | 1,4 | 0,7 | 0,6 |
| Ejemplo comparativo (control) | Poliéster | 40°C | 0,3 | 0 | - |
| Partícula modificada con H0475 | Poliéster | 40°C | 4,4 | 4,0 | - |
| Ejemplo comparativo (control) | Algodón | 40°C | 0 | 0 | - |
| Partícula modificada con H0475 | Algodón | 40°C | 1,0 | 0,9 | - |

A partir de estos resultados puede observarse que la unión a la superficie de H0475 por medio de acoplamiento con EDAC mejoró la deposición de partículas (600 nm) significativamente tanto sobre poliéster como sobre algodón.

15 Ejemplo 4: Unión a la superficie de HPC sobre partículas de látex (4 micrómetros) por medio de acoplamiento con EDAC

Se obtuvo cloruro de hidrógeno de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDAC) de Alfa Aesar. El resto de productos químicos se obtuvieron de Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd. Se purificó 2,2'-azo-bisisobutirnitrito (AIBN) antes de su uso mediante recristalización en acetona.

20 a) Síntesis de partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo (4 micrómetros)

Se sintetizaron partículas de poliestireno funcionalizado con carboxilo mediante copolimerización en dispersión. Se cargó un matraz de tres bocas de 250 ml con 70 ml de etanol y 6,0 ml de agua desionizada que contenía 19,192 g de estireno, 1,018 g de ácido acético y 1,536 g de poli(N-vinilpirrolidina). Se mantuvieron un manto de nitrógeno y una velocidad de agitación de 500 rpm. Se desoxigenó esta disolución burbujando con nitrógeno durante 1,0 h. Tras una desoxigenación exhaustiva, se aumentó la temperatura hasta 70°C y se añadieron 2,420 g de AIBN a esta disolución. Se mantuvo la reacción a 70°C durante 20 h. Tras enfriarse hasta temperatura ambiente, se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Se redispersaron las partículas de látex en 50 ml de etanol, se centrifugaron a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Entonces se redispersó el látex en etanol y se centrifugó de nuevo. Se eliminó el sobrenadante por decantación y se recogió la partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo.

35 b) Purificación de partículas de látex

Se purificó la partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo (4 micrómetros) según el procedimiento mostrado en el ejemplo 2b. Finalmente, se redispersó el látex en 750 ml de agua desionizada con un contenido en sólidos del 1,814% (p/p).

40 c) Injerto de H0475 sobre partículas de látex (4 micrómetros) por medio de acoplamiento con EDAC

Se injertó la partícula de poliestireno purificada (4 micrómetros, el 1,814% de sólidos) con HPC según el procedimiento mostrado en el ejemplo 2c. Por último, se redispersó el látex en agua desionizada para dar una dispersión de látex final de partículas injertadas con HPC con un contenido en sólidos del 1,0% (p/p).

45

d) Preparación del ejemplo comparativo (látex de poliestireno sin HPC unida a la superficie)

Se preparó una muestra comparativa (control) sin ninguna adición de HPC según el procedimiento idéntico mostrado en el ejemplo 4a. El contenido en sólidos final del látex se ajustó al 1,0% (p/p).

Ejemplo 5: Rendimiento de deposición de látex de poliestireno (4 micrómetros) sobre materiales textiles

Los suministros de látex de poliestireno (4 micrómetros, con o sin HPC) se evaluaron con LAS y Synperonic A7 como disolución madre de tensioactivo usando el aparato de agitación a temperatura constante (plataforma modelo THZ, suministrado por Shanghai Jing Hong laboratory instrument Co., Ltd.).

a) Preparación de disoluciones madre: Igual que en el ejemplo 3a

b) Procedimiento de lavado de frascos: Igual que en el ejemplo 3b

c) Resultados de la evaluación de la deposición

Los resultados de la deposición de látex de poliestireno (4 micrómetros, con o sin HPC) sobre poliéster o algodón se ilustran en la siguiente tabla (las realizaciones de la invención se muestran en negrita):

| Muestra | Tipo de material textil | Temperatura de lavado | Deposición tras el lavado principal (%) | Deposición tras el aclarado 1 (%) | Deposición tras el aclarado 2 (%) |
|---------------------------------------|-------------------------|-----------------------|---|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Ejemplo comparativo (control) | Poliéster | 40°C | 27,2 | 7,3 | 3,5 |
| Partícula modificada con H0386 | Poliéster | 40°C | 74,2 | 67,2 | 61,2 |
| Partícula modificada con H0473 | Poliéster | 40°C | 40,7 | 32,7 | 27,4 |
| Partícula modificada con H0474 | Poliéster | 40°C | 78,5 | 46,5 | 35,3 |
| Partícula modificada con H0475 | Poliéster | 40°C | 91,1 | 87,3 | 82,8 |
| Ejemplo comparativo (control) | Algodón | 40°C | 20,1 | 8,2 | 3,1 |
| Partícula modificada con H0474 | Algodón | 40°C | 74,2 | 49,9 | 36,7 |
| Partícula modificada con H0475 | Algodón | 40°C | 88,5 | 76,3 | 63,0 |

Estos resultados muestran que la unión a la superficie de HPC (H0386, H0473, H0474 o H0475) por medio de acoplamiento con EDAC mejoró significativamente la deposición de partículas de 4 micrómetros sobre poliéster y algodón. Con este tamaño de partícula los controles muestran que un pequeño porcentaje de partículas se retenían tras el aclarado, pero la mejora de las partículas que comprenden el adyuvante de deposición es considerable. Con este tamaño de partícula el rendimiento de deposición mejorado se mantuvo durante el aclarado.

Ejemplo 6: Unión a la superficie de HPC sobre partículas encapsuladas de perfume (5 µm) por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído

Las partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído preformadas tenían un tamaño de 5 micrómetros y se obtuvieron de International Flavours and Fragrances (IFF) Limited. El contenido en sólidos de las partículas era del 53,8% en peso y el contenido en sólidos del perfume era del 35% en peso respectivamente. La calidad de HPC utilizada era H0475 de TCI.

El siguiente procedimiento explica resumidamente la modificación sintética para unir HPC a la superficie por medio de la formación de corteza de melamina-formaldehído (MF) adicional:

1. Preparación del prepolímero

A un matraz cónico de 100 ml se le añadieron 19,5 g de formalina (formaldehído acuoso al 37% en peso) y 44 g de agua. El pH de la disolución se ajustó a 8,9 usando 0,7 g de carbonato de sodio acuoso al 5% en peso. Se añadieron 10 g de melamina y 0,64 g de cloruro de sodio y se agitó la mezcla durante 10 minutos a temperatura ambiente. Se calentó la mezcla hasta 62°C y se agitó hasta que se volvió transparente. La mezcla se denomina a continuación en el presente documento "prepolímero (1)".

2. Unión de HPC a partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído preformadas

Se disolvieron 0,5 g de HPC H0475 en 80,4 g de agua desionizada agitando durante la noche en un agitador orbital y luego se transfirieron a un frasco de fondo redondo de 250 ml equipado con un agitador superior y un condensador. Se añadieron 18,2 g de suspensión de partículas encapsuladas de melamina-formaldehído (contenido en sólidos de las partículas del 53,8% en peso) y se calentó la mezcla hasta 75°C con agitación. Se añadieron 0,9 g de una disolución de prepolímero (1) recién preparada y se ajustó el pH a 4,1, usando 2 g de disolución acuosa de ácido fórmico al 10% en peso. Entonces se dejó agitando la mezcla, a 75°C durante 2 horas. Entonces se enfrió la disolución y se ajustó a pH 7 usando 7,5 g de disolución acuosa de carbonato de sodio al 5% en peso.

Se obtuvo una dispersión final (100 g) que consistía en un contenido en sólidos de partículas encapsuladas del 10% en peso que contenía un 2% en peso adicional de corteza de melamina-formaldehído y un 5% en peso (basándose en el peso de partículas final) de HPC.

Ejemplo 7: Rendimiento de deposición de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído modificadas con HPC sobre material textil de poliéster

Los suministros de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído (5 µm), con o sin HPC, se evaluaron a 40°C con LAS y Synperonic A7 como disolución madre de tensioactivo usando un baño con agitación a temperatura constante (modelo Haake™ SWB25).

Para la formulación de prueba, se adquirió sal de sodio de ácido dodecylbencenosulfónico (LAS) de Aldrich. Se obtuvo Synperonic A7 (NI, etoxilato de alcohol graso) de Uniqema. Se suministraron también carbonato de sodio y carbonato de potasio por Aldrich.

a) Preparación de disoluciones madre: Igual que en el ejemplo 3a

b) Procedimiento de lavado de frascos: Igual que en el ejemplo 3b

Excepto porque se añadieron 400 ppm de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído, con y sin HPC, y sólo se usó un trozo de material textil de poliéster de 20 x 20 cm. Sólo se evaluó la deposición en el lavado principal, sin aclarados adicionales.

c) Resultados de la evaluación de la deposición

Los resultados de la deposición de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído (5 micrómetros), con o sin HPC, sobre poliéster se ilustran en la siguiente tabla (la realización de la invención se muestra en negrita):

| Muestra | Tipo de material textil | Temperatura de lavado | Deposición tras el lavado principal (%) |
|--|-------------------------|-----------------------|---|
| Partícula encapsulada de perfume no modificada (control) | Poliéster | 40°C | 5,4 |
| Partícula encapsulada de perfume modificada con H0475 | Poliéster | 40°C | 31,0 |

A partir de estos resultados puede observarse que la unión de HPC (H0475) por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído mejoró significativamente la deposición de partículas encapsuladas de perfume (5 micrómetros) sobre poliéster. Sin embargo, el porcentaje de deposición ha disminuido significativamente en comparación con el de las partículas en las que se usó unión con EDAC.

Ejemplo 8: Unión a la superficie de HPC sobre partículas encapsuladas de perfume (5 µm) por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído a temperatura de reacción por debajo del punto de enturbiamiento de HPC

El punto de enturbiamiento de HPC (H0475) es 46°C. Se injertó HPC por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído a las partículas encapsuladas de perfume a una temperatura por debajo de ésta (40°C).

La síntesis fue similar a la descrita en el ejemplo 6, excepto porque se preparó el prepolímero (1) a 50°C y se realizó la etapa de unión de HPC (2) a una temperatura de reacción de 40°C durante 20 horas.

Ejemplo 9: Rendimiento de deposición de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído modificadas con HPC preparadas a una temperatura de reacción por debajo del punto de enturbiamiento de HPC sobre material textil de poliéster

Se evaluó el suministro de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído (5 µm) con unión de HPC realizada a una temperatura por debajo del punto de enturbiamiento de HPC a 40°C con LAS y Synperonic A7 como disolución madre de tensioactivo usando un baño con agitación a temperatura constante (modelo Haake SWB25).

5 Para la formulación de prueba, se adquirió sal de sodio de ácido dodecylbencenosulfónico (LAS) de Aldrich. Se obtuvo Synperonic A7 (NI, etoxilato de alcohol graso) de Uniqema. Se suministraron también carbonato de sodio y carbonato de potasio por Aldrich.

10 a) Preparación de disoluciones madre: Igual que en el ejemplo 3a

b) Procedimiento de lavado de frascos: Igual que en el ejemplo 3b

15 Excepto porque sólo se usó un trozo de material textil de poliéster de 20 x 20 cm. Solo se evaluó la deposición en el lavado principal, sin aclarados adicionales.

c) Resultados de la evaluación de la deposición

20 Los resultados de la deposición de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído (5 µm) con unión de HPC realizada a una temperatura por debajo del punto de enturbiamiento de HPC se ilustran en la siguiente tabla junto con el material preparado a 75°C (ejemplo 6) para comparación (la realización de la invención se muestra en negrita):

| Muestra | Temperatura de reacción de la unión de HPC | Tipo de material textil | Deposición tras el lavado principal (%) |
|--|--|-------------------------|---|
| Partícula encapsulada de perfume modificada con H0475 (ejemplo 6) | 75°C | Poliéster | 31,0 |
| Partícula encapsulada de perfume modificada con H0475 (ejemplo 8) | 40°C | Poliéster | 81,6 |

25 A partir de estos resultados puede observarse que la unión a la superficie de HPC (H0475) por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído a una temperatura por debajo del punto de enturbiamiento de la HPC, mejoró significativamente la deposición de partículas encapsuladas de perfume (5 µm) sobre poliéster, en comparación con la unión a una temperatura superior.

30 Ejemplo 10: Rendimiento de deposición adicional de partículas sobre materiales textiles

Se obtuvo cloruro de hidrógeno de 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)carbodiimida (EDAC) de Alfa Aesar y el resto de productos químicos se obtuvieron de Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

35 a) Síntesis de partícula de poliestireno funcionalizado con carboxilo (3,6 µm)

Se sintetizaron partículas de poliestireno funcionalizado con carboxilo por medio de copolimerización en dispersión. Se cargó un matraz de tres bocas de 500 ml con 140 ml de etanol y 12,0 ml de agua DI que contenía 38,0 g de estireno, 1,4 g de ácido acrílico y 3,0 g de poli(N-vinilpirrolidina). Se mantuvieron un manto de nitrógeno y una velocidad de agitación de 500 rpm. Se desoxigenó esta disolución burbujeando con nitrógeno durante 1,0 h. Tras una desoxigenación exhaustiva, se aumentó la temperatura hasta 70°C y se añadieron 6,0 g de AIBN a esta disolución. Se mantuvo la reacción a 70°C durante 20 h. Tras enfriarse hasta temperatura ambiente, se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Se redispersaron las partículas de látex en 100 ml de etanol, se centrifugaron a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Entonces se redispersó el látex en etanol y se centrifugó de nuevo, se eliminó el sobrenadante por decantación y se recogieron las partículas de poliéster funcionalizado con carboxilo.

b) Purificación de partículas de látex

50 Se purificó la partícula de poliéster funcionalizado con carboxilo (3,6 µm) por medio del siguiente procedimiento.

- Etapa 1: Se diluyeron 1,0 ml de látex con 0,5 ml de tampón pH 7,01 y se centrifugó a 10000 rpm durante 15 minutos. Se repitió una vez el lavado en tampón pH 7.

55 • Etapa 2: Se eliminó el sobrenadante por decantación y se redispersó el látex en agua DI. Se centrifugó la disolución de nuevo a 10000 rpm durante 15 minutos y se eliminó el sobrenadante por decantación. Se repitió también una vez el lavado en agua desionizada.

c) Injerto de polisacáridos sobre partículas de látex (3,6 μm) por medio de acoplamiento con EDAC

Se usó acoplamiento químico directo con acoplamiento con EDAC para el injerto de polisacárido sobre partículas de PS.

Se redispersó el látex purificado anteriormente en 500 ml de agua DI con un contenido en sólidos del 5,5% (p/p). Se añadieron 25 ml de agua desionizada y 0,28 g de EDAC a 4,57 ml de látex purificado anteriormente (contenido en sólidos del 5,5%) y se agitó la mezcla resultante a 25°C durante 3 horas. Entonces se centrifugó el látex a 1000 rpm durante 10 minutos y se purificó con tampón pH 7 y agua desionizada según las etapas 1 y 2 mostradas en el ejemplo 10b. Entonces se redispersó el látex en 20 ml de agua desionizada.

Se preparó una disolución de polisacárido (0,9 g/l) por separado y se agitó a 25°C durante 3 horas para garantizar la disolución completa de cualquier material de gel dispersado. Se mezclaron 10 ml de partícula de PS modificada con EDAC con 5,6 ó 66,7 ml de disolución de polisacárido como una razón de alimentación de polisacárido con respecto a partícula de PS de 0,05:1 o 0,6:1, respectivamente. Entonces se agitó la mezcla a 45°C durante 24 horas. Después de eso, se centrifugó el látex a 10000 rpm durante 15 minutos y se purificó en tampón pH 7 y agua desionizada de nuevo según 1 y 2 mostradas en el ejemplo 10b. Por último se redispersó el látex en 10 ml de agua desionizada para dar una dispersión en látex final de partículas injertadas con polisacárido con un contenido en sólidos del 1,0% (p/p).

d) Preparación de un ejemplo comparativo (látex de poliestireno sin polisacárido unido a la superficie)

Se preparó una muestra comparativa (control) sin ninguna adición de polisacárido según el procedimiento idéntico mostrado en el ejemplo 10a. El contenido en sólidos final del látex se ajustó al 1,0% (p/p).

Los suministros de látex de poliestireno (3,6 μm , con o sin polisacáridos) se evaluaron con dodecilsulfonato de sodio (LAS) y Synperonic A7 como disolución madre de tensioactivo usando el aparato de agitación a temperatura constante (plataforma modelo THZ, suministrado por Shanghai Jing Hong laboratory instrument Co., Ltd.).

e) Preparación de disoluciones madre

Se preparó una disolución madre de tensioactivo disolviendo LAS (5,0 g) y Synperonic A7 (5,0 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tensioactivo de la disolución final es de 10 g/l (el 50% de LAS, el 50% de Synperonic A7). Se preparó una disolución madre de tampón de base disolviendo carbonato de sodio (7,546 g) y bicarbonato de sodio (2,419 g) en agua desionizada hasta un total de 1,0 litros. La concentración de tampón de base es 0,1 M.

f) Procedimiento de lavado de frascos

Se utilizó el aparato de agitación a temperatura constante para simular el procedimiento de lavado para la evaluación de los rendimientos de deposición. El procedimiento típico se describe a continuación.

Se prepararon 55 ml líquido de lavado modelo (tensioactivo 1,0 g/l y tampón de base 0,01 M) que contenían 600 ppm de látex de poliestireno (3,6 μm) con o sin polisacárido injertado en un frasco de 120 ml y se extrajo una alícuota de 5,0 ml para el registro de la absorbancia a 400 nm. Este valor de absorbancia representa el 100% de partículas en la disolución de lavado antes del procedimiento de lavado de frascos.

Entonces se colocaron un trozo (20x20 cm) de poliéster tricotado que no fluoresce (alrededor de 5,0 g) o tres trozos (10x10 cm) de material textil de algodón que no fluoresce (en total alrededor de 4,5 g) en el frasco y se selló el frasco. Se calentó el baño con agitador hasta 40°C y se fijó el frasco en el mismo y se agitó a 125 rpm durante 30 minutos para simular el lavado principal. Entonces se retiraron los materiales textiles y se escurrieron a mano y se extrajo una alícuota de 10,0 ml de la disolución de lavado principal para el registro de la absorbancia a 400 nm. Pudo determinarse la cantidad de látex de poliestireno adsorbido sobre el material textil mediante la diferencia de turbidez antes/después de la fase de lavado principal.

Entonces se lavó el frasco meticulosamente. Se pusieron de nuevo los materiales textiles escurridos en los frascos y se añadieron 50 ml de agua DI. Se agitó el frasco a 40°C durante 10 minutos a 125 rpm para simular un procedimiento de aclarado. Entonces se retiraron los materiales textiles y se escurrieron a mano de nuevo. Se extrajo una alícuota de 10,0 ml de la disolución de aclarado para el registro de la absorbancia a 400 nm. Pudo determinarse la cantidad perdida de látex de poliestireno adsorbido del material textil en la fase de aclarado 1 según la turbidez. Se repitió el procedimiento de aclarado una vez y pudo determinarse la cantidad perdida de látex de poliestireno del material textil en la fase de aclarado 2.

Los resultados de la deposición de sistemas modelo de partículas de látex sobre poliéster se ilustran en la siguiente

tabla. Los resultados para composiciones según la presente invención se muestran en **negrita**. Los otros ejemplos muestran cómo muchos otros polímeros no funcionan.

| Material y proveedor | Viscosidad | PM | Injerto [a] | Dep. en el lavado | Dep. en el aclarado |
|--|-----------------------------|--------------------|-------------|-------------------|---------------------|
| Hidroxipropilcelulosa (TCI) H0473 | 3-6 (2%, 20°C) | 100 k | 31% | 53% | 35% |
| Hidroxipropilcelulosa (TCI) H0474 | 6-10 (2%, 20°C) | 140 k | 16% | 72% | 48% |
| Hidroxipropilcelulosa (TCI) H0386 | 150-400 (2%, 20°C) | 620 k | 10% | 70% | 54% |
| Hidroxipropilcelulosa (TCI) H0475 | 1000-4000 (2%, 20°C) | 910 k | 21% | 78% | 60% |
| Hidroxipropilcelulosa (Ashland) HPC-M | 341 (2%, 25°C) | 620 k | 14% | 53% | 37% |
| Hidroxipropilcelulosa (Ashland) HPC-MF | 5300 (2%, 25°C) | 850 k | 15% | 73% | 63% |
| Hidroxipropilcelulosa (Ashland) HPC-H | 2510 (2%, 25°C) | 910 k | 21% | 77% | 67% |
| Hidroxietilcelulosa (TCI) H0242 (comparativo) | 200-300 (2%, 20°C) | 380 k [c] | -- | 39% | 19% |
| Hidroxietilcelulosa (TCI) H0418 (comparativo) | 4500-6500 (2%, 20°C) | 557 k [c] | -- | 57% | 37% |
| Hidroxietilcelulosa (TCI) H0392 (comparativo) | 800-1500 (2%, 20°C) | 1384 k [c] | -- | 44% | 23% |
| Hidroxietilcelulosa (Ashland) 250HR (comparativo) | 1900 (2%, 20°C) | 1559 k [c] | -- | 44% | 33% |
| Etilcelulosa (Ashland) N7 (comparativo) | 7 (5%, 25°C) [b] | -- | -- | 26,0% | 7,7% |
| Etilcelulosa (Ashland) N50 (comparativo) | 50 (5%, 25°C) [b] | -- | -- | 32,1% | 10,5% |
| Etilcelulosa (Ashland) N14 (comparativo) | 14 (5%, 25°C) [b] | -- | -- | 32,7% | 12,4% |
| Acetato-butirato de celulosa (Aldrich) (comparativo) | -- | 30k | -- | 23% | -3% |
| Hidroxietilcelulosa (TCI) E0131 (comparativo) | -- | -- | -- | 53% | 32% |
| Carboximetilcelulosa (TCI) C0045 (comparativo) | -- | = 130 k DP=500 | -- | 52% | 30% |
| Carboximetilcelulosa (TCI) C0603 (comparativo) | -- | = 273 k DP=1050 | 27% | 39% | 11% |
| Almidón (Alfa Aesar) (comparativo) | -- | -- | 22% | 46% | 31% |
| Carragenanos (TCI) C1804 (comparativo) | -- | -- | -- | 33% | 16% |
| Carragenanos (TCI) C1805 (comparativo) | -- | -- | -- | 26% | 11% |
| Pectina (TCI) P0024 (comparativo) | -- | -- | -- | 37% | 19% |
| Goma de tamarindo (TCI) T0909 (comparativo) | -- | -- | -- | 55% | 36% |
| Goma xantana (TCI) X0048 (comparativo) | -- | -- | -- | 32% | 14% |
| Goma arábica (Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd) (comparativo) | 60-170 (1%, 25°C) | -- | -- | 35% | 14% |
| [a] La razón de alimentación de polisacárido con respecto a partícula de PS es de 0,6:1. | | | | | |
| [c] Resultados del análisis de laboratorio | | | | | |

5

Ejemplo 11: Deposición de partículas de poliestireno sobre algodón:

Los siguientes resultados se obtuvieron cuando se depositaron las partículas de látex del ejemplo 10 sobre algodón.

| Material y proveedor | Viscosidad | PM | Injerto [a] | Dep. en el lavado | Dep. en el aclarado |
|---|------------------------|---------------------------|-------------|-------------------|---------------------|
| Partícula original (sin adyuvante de suministro) | -- | -- | -- | 52,4% | 43,9% |
| Hidroxipropilcelulosa (Ashland) HPC-HCS | 2120 (1%, 25°C) | 1150 k (1149 k[b]) | 70% | 70,0% | 58,1% |
| [a] La razón de alimentación de polisacárido con respecto a partícula de PS es de 0,05. | | | | | |
| [c] Resultados del análisis de laboratorio | | | | | |

Ejemplo 12: Deposición de partículas encapsuladas de perfume de melamina-formaldehído modificadas con HPC sobre diversos sustratos de materiales textiles tras lavar en una lavadora automática de carga frontal

- 5 Se depositaron las partículas encapsuladas de perfume modificadas con HPC preparadas a una temperatura por debajo del punto de enturbiamiento de HPC, tal como se describe en el ejemplo 8, en una carga de material textil mixto en una lavadora automática de carga frontal (Miele Honeycomb Care W1714). Para comparación, se utilizaron partículas encapsuladas no modificadas en un lavado idéntico separado.

10 a) Detalles del lavado

La composición de carga de lavado consistía en sábanas de algodón (934 g), toallas de rizo (787 g), tela de algodón tricotado (336 g), polialgodón (629 g) y poliéster (415 g). Se dosificaron las partículas encapsuladas de perfume no modificadas y modificadas con HPC por medio de una bola de dosificación al 0,5% (p/p de partículas en detergente líquido para el lavado de ropa) que se colocó directamente en el tambor de la lavadora. El detergente líquido para el lavado de ropa usado fue Persil Small y Mighty™ (35 ml) que se dosificó por medio del cajón de dispensación de la lavadora. Se lavaron los materiales textiles en el programa de lavado exprés a 40°C de la lavadora y tras el lavado se permitió que se secaran en el tendedero durante la noche.

20 b) Extracción y cuantificación por cromatografía de gases del perfume

Se determinó el nivel de perfume en cada tipo de material textil secado por medio de extracción en un disolvente orgánico y posterior cuantificación del nivel por medio de cromatografía de gases (CG). Se usó isopropanol como disolvente ya que se hincha, rompe la partícula encapsulada y solubiliza los componentes del perfume. Se realizó el análisis por cuadruplicado para cada tipo de material textil y el procedimiento fue tal como sigue. Para el algodón tejido, polialgodón y poliéster se cortaron muestras cuadradas de 10 x 10 cm y se pesaron a partir de los materiales textiles tratados. Para la tela de algodón tricotado y las toallas de rizo, se usaron muestras de 10 x 5 cm (para permitir una fácil inserción en el vial). Cada muestra de material textil se colocó en un vial con un espacio de cabeza de 20 ml y se añadieron 15 ml de isopropanol. Para comparación, se prepararon muestras control para partículas encapsuladas tanto no modificadas como modificadas con HPC usando niveles de partícula encapsulada que representan el 100% de deposición y se añadieron directamente a 15 ml de isopropanol. Se cerraron los viales de manera estanca y se permitió que rotaran en una mezcladora de rodillo (Stuart SRT 9) durante 24 horas. Entonces se abrieron los viales y se extrajeron aproximadamente 1,5 ml de muestra por medio de succión usando una pipeta Pasteur con una tira de tejido de papel (toallitas para tareas delicadas Kimtech) sujeta alrededor de la abertura de la pipeta. Esto era para filtrar cualquier residuo de partícula encapsulada rota de la disolución. Entonces se añadieron las muestras a viales para GG de 2 ml y se sellaron. Se añadieron estos a la bandeja del inyector automático de CG y se analizaron usando las siguientes condiciones de CG:

| | |
|---------------------------------------|---|
| Instrumento | Cromatógrafo de gases Varian 3800 con detector de ionización de llama |
| Columna | Columna capilar Varian CP-SimDist 5 m 0,53 mm 0,165 µm n.º CP7522 |
| Volumen de inyección | 5 microlitros |
| Temperatura del orificio de inyección | 220°C |
| Modo de inyección | Desdoblamiento (razón de desdoblamiento 1,0) |
| Gas portador | Helio |
| Velocidad de flujo de la columna | 0,5 ml/min |
| Aumento de temperatura | 50-150°C a 10°C/min 150-250°C a 20°C/min |
| Temperatura del detector | 220°C |

- 40 Mediante la comparación de la razón de la suma de varias áreas de pico (tiempos de retención = 8,7, 10,9, 14,9, 18,1 minutos) para cada muestra con la suma de áreas equivalentes de la muestra de control de deposición del 100%, se determinó el nivel de perfume depositado y usando el peso de la muestra de material textil expresada en microgramos por gramo de material textil (µg/g). Puesto que se usaron pesos variables de cada tipo de material textil en la carga de lavado inicial, los resultados se normalizaron a un mismo peso de material textil. Los resultados se ilustran en la siguiente tabla:

| Tipo de material textil | Deposición de perfume (µg/g) | |
|---------------------------|--|---|
| | Partícula encapsulada de perfume no modificada (control) | Partícula encapsulada de perfume modificada con H0475 (ejemplo 8) |
| Algodón tejido | 29,1 | 362,1 |
| Toallas de rizo | 28,6 | 486,8 |
| Tela de algodón tricotado | 59,3 | 1433,7 |
| Polialgodón | 13,5 | 347,8 |
| Poliéster | 6,6 | 148,4 |

A partir de estos resultados puede observarse que la unión a la superficie de HPC (H0475) por medio de formación de corteza de melamina-formaldehído mejoró significativamente la deposición de partícula encapsulada de perfume (5 µm), a partir de una lavadora de carga frontal, sobre algodón tejido, toallas de rizo, tela de algodón tricotado, polialgodón y poliéster.

5

REIVINDICACIONES

1. Partícula de suministro de agente de beneficio que tiene en la superficie externa de la partícula uno o más adyuvantes de suministro que son polisacáridos e incluyen hidroxipropilcelulosa con un peso molecular en exceso de 40 kD, en la que el adyuvante de suministro se une a la partícula mediante un entrelazamiento o enlace covalente.
5
2. Partícula según cualquier reivindicación anterior, en la que la sustitución molar del adyuvante de hidroxipropilcelulosa está en el intervalo de desde 2,8 hasta 4,0, más preferiblemente por encima de 3,0, lo más preferiblemente desde 3,2 hasta 3,8.
10
3. Partícula según cualquier reivindicación anterior, que comprende además un polímero distinto de polisacárido, preferiblemente un polímero de aminoplasto.
- 15 4. Partícula según cualquier reivindicación anterior, que comprende un perfume.
5. Partícula según cualquier reivindicación anterior, que comprende un núcleo y una corteza.
- 20 6. Composición que comprende:
a) una partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, y
b) una enzima seleccionada del grupo que comprende hemicelulasa, celulasa, poligalacturonasa, xilanas, pectinasa, mananasa, pectato liasa, ligninasa, pululanasa, pentosanasa, arabinosidasa, hialuronidasa, condroitinasa, lacasa, glicosilhidrolasa, y amilasas, o mezclas de las mismas.
25
7. Composición de tratamiento para el lavado de ropa que comprende:
a) una partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5,
30 b) al menos un tensioactivo aniónico o no iónico, y
c) una enzima seleccionada de celulasa, mananasa y mezclas de las mismas.
- 35 8. Composición de tratamiento para el lavado de ropa según la reivindicación 7, en la que la composición es un líquido o un gel.
- 40 9. Procedimiento para la producción de partículas de suministro de agente de beneficio según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que:
a) se forman partículas de núcleo-corteza mediante polimerización en emulsión, y
b) se forma una capa de polímero adicional sobre la superficie externa de las partículas de núcleo-corteza en presencia de hidroxipropilcelulosa.
45