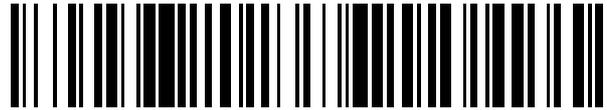


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 561 416**

51 Int. Cl.:

C11D 3/382 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.03.2013 E 13710406 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.12.2015 EP 2841551**

54 Título: **Composiciones de detergentes líquidos isotrópicos acuosas estructuradas de manera externa**

30 Prioridad:

23.04.2012 EP 12165196

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

26.02.2016

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

BRENNAN, LEE JAMES;

KOWALSKI, ADAM JAN;

RYAN, PHILIP MICHAEL;

SANDERSON, ALASTAIR RICHARD y

WAGLE, AMI SWAPNIL

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 561 416 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 detergentes líquidos isotrópicos acuosas estructuradas de manera externa

Campo de la técnica

5 La presente invención se refiere a composiciones de detergentes líquidos isotrópicos acuosas estructuradas de manera externa.

Antecedentes

10 Las composiciones de detergentes líquidos isotrópicos no tienen la capacidad innata de suspender partículas sólidas, por ejemplo señales y encapsulados. Un medio de suspensión puede obtenerse mediante la manipulación adecuada de los niveles de tensioactivo y de electrolitos. No obstante, esto impone restricciones no deseadas en la composición. El uso de los denominados estructurantes externos puede conseguir la tarea de suspensión requerida sin imponer dichas restricciones en la composición.

15 La fibra de cítricos y sus usos para estructurar productos alimenticios y composiciones para la atención personal se describen en los documentos US2004/0086626, US2009/269376 y WO2010/069732. La compatibilidad de un líquido detergente estructurado con fibra de cítricos activada con detergente y enzimas para el cuidado se describe en el documento WO2012/052306. Su uso con polímero de depósito catiónico (goma guar cuaternizada Jaguar) para champú anticaspa se divulga en el documento WO2012/019934.

20 El documento US 7981855 divulga composiciones de detergentes líquidos con tensioactivo que comprenden hasta 15 % en peso de tensioactivo, incluyendo al menos 1 % de tensioactivo aniónico, hasta 2 % en peso de celulosa bacteriana (preferentemente MFC) y de 0,001 to 5 % en peso de fibras de cítrico. En una realización, la celulosa bacteriana puede estar recubierta parcialmente con un espesante polimérico usando el procedimiento divulgado en el documento US 2007/0027108.

25 Cuando se usa fibra de cítricos activada y especialmente cuando se usa a un nivel suficientemente alto para suspender las partículas sólidas (es decir, un límite elástico lo suficientemente alto) existe un problema con los residuos que se quedan a medida que la composición de detergente líquido estructurada de manera externa drena en el interior del recipiente de la composición líquida con gravedad, por ejemplo después de verter algún líquido desde el recipiente. Estos residuos del drenaje son antiestéticos y agotan la composición de detergente líquido del estructurante externo.

Es un objeto de la presente invención reducir los residuos del drenaje de una composición de detergente líquido que comprende estructurante externo de fibra de cítricos activada.

30 Sumario de la invención

De acuerdo con la presente invención se proporciona una composición de detergente líquido isotrópico acuosa estructurada de manera externa, que comprende:

- al menos 10 % en peso de agua,
- al menos 3 % en peso de tensioactivo detergente mixto que comprende tensioactivo aniónico,
- 35 - al menos 0,025 % en peso de estructurante de fibra de cítricos activada caracterizada porque el líquido comprende adicionalmente al menos 0,1 % en peso de polímero espesante de poliacrilato que se hincha en agua y la viscosidad del líquido a 20 s⁻¹ y 25 °C es de al menos 0,3 Pa.s.

40 La viscosidad a 20 s⁻¹ y 25 °C se selecciona porque es indicativa del cizallamiento que se aplica a un líquido cuando se está vertiendo desde una botella en el uso normal. Sin desear quedar ligado a teoría alguna, se cree que el incremento de la viscosidad de vertido ayuda a mantener la red de fibra de cítricos activada atrapada en el líquido a medida que va cayendo por la pared de un recipiente. Esto reduce el depósito del estructurante externo de fibra de cítricos activada sobre la pared de un recipiente, en particular cuando el líquido detergente estructurado de manera cae por la pared por la gravedad.

45 Preferentemente, para las tareas de suspensión, la composición tiene un límite elástico de al menos 0,3 Pa, más preferentemente al menos 0,4 Pa, y comprende además al menos 0,1 % en peso del material particulado suspendido. A los niveles más altos de fibra de cítricos activada necesarios para proporcionar la tarea de suspensión, el problema del drenaje por la pared es muy evidente. Los residuos que quedan por el drenaje también se reducen al aumentar el nivel de activación de la fibra de cítricos. Dado que niveles de activación más altos permiten el uso de menos fibra de cítricos para alcanzar un efecto estructurante dado, el límite inferior preferido de la fibra de cítricos dependerá del procedimiento de activación, la naturaleza y la cantidad del material que se va a suspender y la presencia o ausencia de coestructurantes. Siempre se reduce el residuo del drenaje en la pared cuando la fibra de cítricos activada se combina con polímero para activar la viscosidad a 20 s⁻¹.

Preferentemente, la composición comprende al menos 0,5 % en peso de fibra de cítricos activada, más preferentemente al menos 0,8 % en peso.

5 Preferentemente, la composición se proporciona en un recipiente transparente. Por ejemplo, PET con una manga retráctil. Las ventajas de las composiciones son mayores cuando los residuos en la pared son visibles a través de un recipiente transparente. No obstante, la ventaja de no dejar la fibra de cítricos activada detrás de la pared para secar y producir pérdida de estructuración está presente sea el recipiente transparente u opaco. Es habitual usar un colorante y/o un opacificante en líquidos detergentes y la invención proporciona ventajas adicionales en este caso debido al menor nivel de residuos de drenaje.

10 Las composiciones espesadas con polímero y estructuradas de manera independientemente tienen la capacidad de suspender una amplia gama de ingredientes de beneficio de las partículas sólidas: incluyendo ingredientes encapsulados tales como fragancia, enzimas, perlas/señales visuales, mica/anacarante, silicona, etc. El material suspendido comprende, preferentemente, encapsulados y, lo más preferentemente, comprende encapsulados de perfume. En esta memoria, la expresión particulado sólido abarca líquidos contenidos en una cubierta sólida. Como alternativa, o adicionalmente, el material particulado sólido puede comprender señales visuales (película) que
15 pueden tener ingredientes beneficiosos incluidos o localizados en su interior. En una realización, el material particulado sólido puede comprender material abrasivo, por ejemplo huesos de aceitunas de tierra.

Deseablemente, la composición carece de polímeros catiónicos, ya que pueden desestabilizar una composición por lo demás isotrópica.

20 Los polímeros de espesamiento preferidos son copolímeros acrílicos hinchables alcalinos lineales/reticulados/ASE/HASE/C-HASE. Deberían añadirse polímeros que requieren condiciones alcalinas para hincharse y, por tanto, proporcionar espesamiento del líquido detergente, de forma que están expuestos a condiciones alcalinas al menos durante la fabricación del líquido. No es esencial que el líquido terminado sea alcalino. Se prefiere someter a la fibra de cítricos a cizallamiento mecánico en ausencia de polímero. Esto se puede realizar mediante una premezcla de la fibra de cítricos activada que después se puede añadir a la mezcla principal
25 después del polímero espesante.

Preferentemente, la composición comprende al menos 0,5 % en peso del polímero espesante, más preferentemente al menos 1 % en peso.

30 Los polímeros modificados hidrofóbicamente hinchables alcalinos (HASE) proporcionan líquidos muy estables cuando se usan con el estructurante externo de fibra de cítricos activada. Los polímeros modificados no hidrofóbicamente reticulados (CASE) son altamente estables cuando se usan con arcillas espesantes hinchables en agua. Un tipo de arcilla adecuado es una arcilla hectorita sintética vendida como Laponite por Rockwood. La composición puede comprender un coestructurante que se puede seleccionar de otros estructurantes fibrosos, arcilla y otros materiales particulados sólidos, incluidos encapsulados. La cantidad del coestructurante cuando está presente se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 0,5 a 2 % en peso.

35 La adición del polímero espesante a la composición estructurada con fibra de cítricos también tiene la ventaja adicional de que la mayor viscosidad al vertido a $20^{\text{s}^{-1}}$ ralentiza la velocidad de separación y desarrollo de la separación de la capa transparente inferior o superior si la red estructurante de fibras tiene flotabilidad negativa o positiva, posiblemente inducida manteniendo niveles altos de más o menos densidad que los materiales particulados sólidos del líquido detergente en suspensión. Por tanto, las composiciones tienen mayor estabilidad durante el
40 almacenamiento y las partículas suspendidas permanecen dispersas de forma uniforme para proporcionar una dosis uniformemente representativa de fragancia encapsulada u otro ingrediente beneficioso suspendido para cada dosis durante el tiempo de uso.

45 El incremento necesario al nivel de la fibra de cítricos activada para dar un líquido detergente con el mismo límite elástico (polvo de suspensión), ya que uno que tiene una mezcla de fibras e cítrico activada y polímero espesante significa que el líquido con la combinación de fibra de cítricos activada y polímero espesante es más transparente. Esto es una ventaja concreta si hay señales visuales suspendidas en el líquido.

Descripción detallada de la invención

Agua

50 Las composiciones de detergente son acuosas y el agua forma la mayoría del disolvente en la composición. Los hidrótopos, tales como propilenglicol y glicerol/glicerina, se pueden incluir como codisolventes en una cantidad menor que el agua. El agua es necesaria en la composición con el fin de mantener el tensioactivo, cualquier polímero, estructurantes solubles, enzimas etc. en solución. La cantidad de agua indicada incluye agua tanto libre como unida. La cantidad de agua en la composición es, preferentemente, al menos 20 % en peso, más preferentemente al menos 30 % en peso.

55

Sistema de tensioactivo mixto

Debido a las sólidas propiedades del nuevo sistema estructurante externo hay pocas limitaciones sobre el tipo o la cantidad del sistema de tensioactivo mixto. Los tensioactivos sintéticos forman, preferentemente, una parte principal del sistema de tensioactivo. Las mezclas de tensioactivos sintéticos aniónicos y no iónicos, o un sistema de tensioactivo mixto completamente aniónico o mezclas de tensioactivos aniónicos, los tensioactivos no iónicos y tensioactivos anfotéricos o zwitteriónicos pueden usarse todos ellos de acuerdo con la elección del formulador para la tarea de limpieza requerida y la dosis requerida de la composición detergente.

Los tensioactivos que forman el sistema de tensioactivo mixto se pueden elegir de los tensioactivos descritos en 'Surface Active Agents' Vol. 1, de Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 de Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, 'McCutcheon's Emulsifiers and Detergents' publicado por Manufacturing Confectioners Company o en 'Tenside Taschenbuch', H. Stache, 2ª Ed., Carl Hauser Verlag, 1981.

La cantidad de tensioactivo en la composición puede variar de 3 a 75 % en peso, preferentemente de 10 a 60 % en peso, más preferentemente de 16 a 50 % en peso. El trabajador experto apreciará que la concentración óptima de tensioactivo dependerá en gran medida del tipo de producto y el modo de uso pretendido.

El tensioactivo aniónico puede incluir jabón (sal de ácido graso). Un jabón preferido se hace mediante neutralización de ácido graso de coco hidrogenado, por ejemplo Prifac® 5908 (ej. Croda). También se pueden usar mezclas de ácidos grasos saturados e insaturados.

Los tensioactivos detergentes no iónicos son bien conocidos en la técnica. Un tensioactivo no iónico preferido es un alcohol etoxilado C12–C18, que comprende de 3 a 9 unidades de óxido de etileno por molécula. Son más preferidos los alcoholes etoxilados lineales primarios de C12–C15 con, de media, 5 a 9 grupos de óxido de etileno, más preferentemente de media 7 grupos de óxido de etileno.

Los ejemplos de tensioactivos aniónicos sintéticos adecuados incluyen laurilsulfato sódico, laurilétersulfato sódico, laurilsulfosuccinato amónico, laurilsulfato amónico, laurilétersulfato amónico, cocoilsetionato sódico, lauroilsetionato sódico y N-laurilsarcosinato sódico. Mayoritariamente preferidos, los tensioactivos aniónicos sintéticos comprenden sulfonato de alquilbenceno lineal de tensioactivo aniónico sintético (LAS). Otro tensioactivo aniónico sintético adecuado en la presente invención es étersulfato-alcohol etoxi sódico (SAES), que comprende, preferentemente, niveles altos de étersulfato-alcohol etoxi sódico C12 (SLES). Se prefiere que la composición comprenda LAS.

Un sistema tensioactivo mixto preferido comprende materiales activos de detergentes sintéticos aniónicos con no iónicos y, opcionalmente, tensioactivo anfotérico, incluyendo óxido de amina.

Otro sistema tensioactivo mixto preferido comprende dos tensioactivos aniónicos diferentes, preferentemente bencenosulfonato de alquilo lineal y un sulfato, por ejemplo LAS y SLES.

Los tensioactivos aniónicos sintéticos pueden estar presentes en, por ejemplo, cantidades en el intervalo de aproximadamente 5 % a aproximadamente 70 % en peso del sistema tensioactivo mixto.

Las composiciones de detergente pueden comprender adicionalmente un tensioactivo anfotérico, en el que el tensioactivo anfotérico está presente a una concentración de 1 a 20 % en peso, preferentemente de 2 a 15 % en peso, más preferentemente de 3 a 12 % en peso del sistema tensioactivo mixto. Ejemplos típicos de tensioactivos anfotéricos y zwitteriónicos adecuados son alquibetaínas, alquilamidobetaínas, óxidos de amina, aminopropionatos, aminoglicinatos, compuestos de imidazolinio anfotéricos, alquildimetilbetaínas o alquildipolietoxibetaínas.

Fibra de cítricos activada

El albedo de los frutos cítricos se usa para hacer fibra de cítricos en polvo. Tiene una "microestructura esponjosa". Se extrae el zumo de los frutos cítricos (principalmente limones y limas) para dejar el material de la pared de la célula vegetal insoluble y algunos azúcares y pectina contenidos internamente. Se seca y se tamiza y después se lava para incrementar el contenido en fibra. Los materiales secos son grandes (fragmento celular de 100 micrómetros que consiste en fibrillas estrechamente unidas/unidas). Después de moler se obtiene un material de fibra de cítricos en polvo. El procedimiento usado deja gran parte de la pared celular natural intacta, mientras que se eliminan los azúcares. Los materiales de fibra cítrica altamente hinchable resultante normalmente se usan como aditivos de alimentos y se han usado en mayonesa baja en grasa. El pH del polvo dispersador es ácido.

La microscopía muestra que la fibra cítrica en polvo es una mezcla heterogénea de partículas con varios tamaños y formas. La mayoría del material consiste en grumos agregados de paredes celulares y residuos de paredes celulares. No obstante se puede identificar una serie de estructuras de tipo tubo con un diámetro abierto de aproximadamente 10 micrómetros, a menudo dispuestos en grupos. Estos, denominados vasos de xilema, son canales transportadores de agua que se localizan principalmente en la piel de los frutos cítricos. Los vasos de xilema consisten en pilas de células muertas, unidas para formar tubos relativamente largos, de una longitud de 200 a 300 micrómetros. Los exteriores de los tubos están reforzados con lignina, que a menudo se dispone en anillos o hélices, lo que impide el colapso de los tubos debido a fuerzas capilares que actúan sobre las paredes de los tubos durante

el transporte de agua.

5 Un tipo preferido de fibra de cítricos en polvo es Herbafoods' Herbacel AQ+ fibra de cítricos de tipo N. Esta fibra de cítricos tiene un contenido total de fibra (soluble e insoluble) superior al 80 % y un contenido de fibra soluble superior a 20 %. Se suministra como un polvo seco fino con un color bajo y tiene una capacidad de unión a agua de aproximadamente 20 kg de agua por kg de polvo.

Para obtener la estructura adecuada, la fibra de cítricos en polvo se activa (hidrata y abre estructuralmente) a través de una dispersión de alto cizallamiento a una concentración alta en agua para formar una premezcla. Dado que la fibra de cítricos activada dispersa es biodegradable, es ventajoso incluir un conservante en la premezcla.

10 El cizallamiento no debería ser lo bastante alta para dar lugar a desfibrilación. Si se usa un homogeneizador de alta presión, debería funcionar entre 200 y 600 bares. Cuanto más cizallamiento se aplica, menos densas son las partículas resultantes. Mientras que la morfología cambia mediante el cizallamiento alto, parece que el tamaño del agregado del procedimiento no cambia. Las fibras se rompen y a continuación llenan la fase de agua. El cizallamiento también suelta las partes externas de las paredes celulares y estas pueden formar una matriz que estructura el exterior de la pared del volumen de la fibra original.

15 Como alternativa se puede hacer una premezcla estructurante de la fibra de cítricos activa mediante molturación usando un mezclador de alto cizallamiento, tal como un Silverson. La premezcla se puede pasar a través de varios estadios secuenciales de alto cizallamiento con el fin de garantizar una hidratación completa y la dispersión de la fibra de cítricos para formar la dispersión de la fibra de cítricos activada.

20 Se puede dejar hidratar la premezcla más (envejecer) después de la dispersión a alto cizallamiento. La premezcla activada se usa, preferentemente, fresca.

Las premezclas homogeneizadas a alta presión se prefieren sobre premezclas trituradas, ya que tienen un peso más eficaz para proporcionar suficiente tarea de suspensión a los líquidos. El incremento de la presión de homogeneización proporciona a la premezcla una eficacia de mayor peso. Una presión operativa adecuada es de aproximadamente 500 bares.

25 El nivel de fibra de cítricos activada en una premezcla se encuentra, preferentemente, en el intervalo de 1 a 5 % en peso, más preferentemente de 1,5 a 2,5 % en peso. La concentración de fibra de cítricos activada en la premezcla depende de la capacidad del equipo para tratar con la viscosidad más alta debido a concentraciones más altas. Preferentemente, la cantidad de agua en la premezcla es al menos 20 veces mayor que la cantidad de fibra de cítrico, más preferentemente al menos 20 veces, incluso tanto como 50 veces. Es ventajoso que exista un exceso de agua con el fin de hidratar completamente la fibra de cítricos activada.

30 Las premezclas preferidas tienen un límite elástico medido de al menos 70 Pa, medida efectuada usando una copa dentada Anton Paar y geometría de plomo a 25 °C.

35 Cuando se añade a una composición líquida de detergente, la fibra de cítricos activada refuerza el límite elástico y la viscosidad del vertido de la composición a 20^{s-1} y la composición es un líquido de comportamiento pseudoplástico. El límite elástico y la viscosidad a 20^{s-1} normalmente aumentan conforme al nivel de fibra de cítricos activada.

La fibra de cítricos activada es compatible con las enzimas usadas en composiciones detergentes para lavandería y cuidados domésticos.

40 La premezcla se puede añadir al líquido detergente como ingrediente posdosis o, como alternativa, la composición se puede formar comenzando con la premezcla y añadiendo después los demás ingredientes. Se requiere algo de cizallamiento alto para dispersar la premezcla en la composición completamente, pero la tarea no es tan exigente como para la preparación de la premezcla.

45 La fibra de cítricos activada debe usarse a un nivel lo bastante alto como para garantizar que la red estructurante externa no se deposite por su propio peso. Si la red se deposita, todas las partículas sólidas suspendidas se depositan con la red. Para evitar al atrapamiento de aire en la red estructurante, la cantidad de fibra de cítricos activada se reduce, preferentemente, a cerca del mínimo requerido para suspender las partículas sólidas, por ejemplo fragancia encapsulada o huesos de aceituna de tierra para composiciones de limpieza doméstica. La porción de arcilla del sistema estructurante externo ayuda a la reducción del nivel de la fibra de cítricos activada necesario. La fibra de cítricos activada se beneficia del procesamiento sin aire, ya que mejora la estabilidad de las composiciones líquidas resultantes, especialmente para la separación de la capa inferior transparente.

50 Polímero de espesamiento

El polímero de espesamiento es un poliácrlato que se hincha con agua. Dichos polímeros pueden ser copolímeros que se hinchan en álcali (ASE) opcionalmente con una modificación hidrofóbica en al menos uno de los monómeros (HASE) o con grupos de reticulación (CASE) y, posiblemente, con la modificación hidrofóbica y con reticulación (C-HASE).

Como se usa en el presente documento, el término "(met)acrílico" se refiere a acrílico metacrílico y "(met)acrilato" se refiere a acrilato o a metacrilato. La expresión "polímeros acrílicos" se refiere a polímeros de monómeros acrílicos, es decir ácido acrílico (AA), ácido metacrílico (MAA) y sus ésteres, y copolímeros que comprenden al menos un 50 % de monómeros acrílicos. Los ésteres de AA y MAA incluyen, entre otros, metacrilato de metilo (MMA), metacrilato de etilo (EMA), metacrilato de butilo (BMA), metacrilato de hidroxietilo (HEMA), acrilato de metilo (MA), acrilato de etilo (EA), acrilato de butilo (B), y acrilato de hidroxietilo (HEA), así como otros ésteres de alquilo de AA o MAA.

Preferentemente, los polímeros acrílicos tienen al menos un 75 % de restos monoméricos derivados de ácido (met)acrílico o monómeros de (met)acrilato, más preferentemente al menos un 90 %, más preferentemente al menos un 95 % y lo más preferentemente al menos un 98 %. La expresión "monómero de vinilo" hace referencia a un monómero adecuado para la polimerización por adición y que contiene un único doble enlace carbono - carbono polimerizable.

Las propiedades hidrofóbicas se pueden impartir mediante el uso de restos de (met)acrilato modificados lipofílicamente, cada uno de los cuales puede contener uno, o una pluralidad de, grupos lipófilos. Dichos grupos están, adecuadamente, en el mismo componente copolimérico como y unidos a cadenas hidrofílicas, tales como, por ejemplo, cadenas de polioxietileno. Como alternativa, el copolímero puede contener un grupo vinilo que se pueden usar para copolimerizar el polímero con otras entidades que contienen vinilo para alterar o mejorar las propiedades del polímero. Los grupos polimerizables se pueden unir a grupos lipofílicos directa o indirectamente, por ejemplo, mediante uno o más, por ejemplo hasta 60, preferentemente hasta 40, grupos enlazadores hidrosolubles, por ejemplo grupos $-CH[R]CH_2O-$ o $-CH[R]CH_2NH-$, en los que R es hidrógeno o metilo. Como alternativa, el grupo polimerizable puede estar unido al grupo lipófilo mediante reacción del componente hidrófilo, por ejemplo polioxietileno, con un compuesto de uretano que contiene insaturación. El peso molecular del grupo o grupos modificadores lipófilos se selecciona, preferentemente, junto con el número de dichos grupos, para dar el contenido lipofílico mínimo requerido en el copolímero y, preferentemente, para un rendimiento satisfactorio en una amplia gama de composiciones líquidas.

La cantidad de componente modificado lipofílicamente en los copolímeros es, preferentemente, al menos 5 %, más preferentemente al menos 7,5 % y lo más preferentemente al menos 10 %; y preferentemente no es de más del 25 %, más preferentemente no más del 20 %, más preferentemente no más del 18 %, y lo más preferentemente no más del 15 %.

Los propios grupos modificadores lipófilos son, preferentemente, grupos alquilo saturados de cadena lineal, pero pueden ser grupos carbocíclicos de aralquilo o alquilo tales como grupos alquilfenilo, que tienen al menos 6, y hasta 30 átomos de carbono, aunque se pueden contemplar grupos de cadena ramificada. Se entiende que los grupos alquilo pueden ser de origen sintético o natural y, en este último caso en particular, pueden contener una gama de longitudes de cadena.

La longitud de cadena de los grupos modificadores lipófilos es preferentemente inferior a 25, más preferentemente de 8 a 22, y más preferentemente de 10 a 18 átomos de carbono. El componente hidrófilo del copolímero modificado lipofílicamente puede ser adecuadamente un componente de polioxietileno, que comprende, preferentemente, al menos una cadena de al menos 2, preferentemente al menos 5, más preferentemente al menos 10, y hasta 60, preferentemente hasta 40, más preferentemente hasta 30 unidades de óxido de etileno. Tales componentes se producen generalmente en una mezcla de longitudes de cadena.

Preferentemente, los restos de (met)acrilato de alquilo C2-C4 (en el copolímero son restos de (met)acrilato de alquilo C2-C3 y, lo más preferentemente, EA. Preferentemente, la cantidad de restos de (met)acrilato de alquilo C2-C4 es de al menos 20 %, más preferentemente al menos 30 %, más preferentemente al menos 40 % y lo más preferentemente al menos 50 %. Preferentemente, la cantidad de restos de (met)acrilato de alquilo C2-C4 no es superior al 75 %, más preferentemente no superior al 70 %, y lo más preferentemente no superior al 65 %. Preferentemente, la cantidad de restos de ácido acrílico en el copolímero utilizados en la presente invención es de al menos 5 %, más preferentemente de al menos 7,5 %, más preferentemente de al menos 10 %, y lo más preferentemente de al menos 15 %. Preferentemente, la cantidad de restos de ácido acrílico no es superior al 27,5 %, más preferentemente no superior al 25 %, y lo más preferentemente no superior al 22 %. Los restos de ácido acrílico se introducen en el copolímero mediante inclusión de ácido acrílico, o de un oligómero de ácido acrílico que tiene un grupo vinilo polimerizable, en la mezcla de monómeros utilizada para producir el copolímero. Preferentemente, el copolímero contiene restos derivados de ácido metacrílico en una cantidad que proporciona un contenido total de ácido acrílico más ácido metacrílico de al menos 15 %, más preferentemente de al menos 17,5 %, y lo más preferentemente al menos 20 %. Preferentemente, el contenido total de ácido acrílico más ácido metacrílico del copolímero no es superior al 65 %, más preferentemente no superior al 50 %, y lo más preferentemente no superior al 40 %. Opcionalmente, el copolímero también contiene de 2 % a 25 %, preferentemente de 5 % a 20 %, de un comonómero hidrófilo, preferentemente uno que tiene funcionalidad de hidroxilo, ácido carboxílico o ácido sulfónico. Los ejemplos de comonómeros hidrófilos incluyen (met)acrilato de 2-hidroxietilo (HEMA o HEA), ácido itacónico y ácido acrilamido-2-metilpropanosulfónico.

Las composiciones acuosas de la presente invención contienen de 0,1 % y preferentemente no más de 10 % de polímero espesante; es decir, la cantidad total de copolímero(s) está en este intervalo. Preferentemente, la cantidad

de copolímero en la composición acuosa es de al menos 0,3 %, más preferentemente de al menos 0,5 %, más preferentemente de al menos 0,7 %, y lo más preferentemente de al menos 1 %. Preferentemente, la cantidad de copolímero en la composición acuosa no es mayor que 7 %, más preferentemente no mayor que 5 %, y lo más preferentemente no mayor que 3 %. Preferentemente, el copolímero es un polímero acrílico. El copolímero, en dispersión acuosa o en forma seca, se puede mezclar en un sistema acuoso para espesar seguido, en el caso de un espesante sensible al pH, por una adición adecuada de material ácido o básico si es necesario. En el caso de espesantes copoliméricos sensibles al pH, el pH del sistema que se va a espesar está en, o se ajusta a, al menos 5, preferentemente al menos 6, más preferentemente al menos 7; preferentemente, el pH se ajusta a no más de 13. El agente neutralizante es, preferentemente, una base tal como una base de amina o un metal alcalino o hidróxido de amonio, lo más preferentemente hidróxido de sodio, hidróxido de amonio o trietanolamina (TEA). Como alternativa, el copolímero se puede neutralizar primero en dispersión acuosa y después se mezcla. El tensioactivo se mezcla preferentemente en la composición acuosa por separado a partir del copolímero antes de la neutralización. El peso molecular del polímero no reticulado está típicamente en el intervalo de aproximadamente 100.000 a 1 millón.

En el caso de que el polímero esté reticulado, un agente de reticulación, tal como un monómero que tiene dos o más grupos etilénicamente insaturados, se incluye con los componentes del copolímero durante la polimerización. Los ejemplos de tales monómeros incluyen ftalato de dialilo, divinilbenceno, metacrilato de alilo, diacrilobutileno o dimetacrilato de etilenglicol. Cuando se utiliza, la cantidad de agente de reticulación es típicamente de 0,01 % a 2 %, preferentemente de 0,1 a 1 % y más preferentemente de 0,2 a 0,8 %, basado en el peso de los componentes de copolímero.

El copolímero se puede preparar en presencia de un agente de transferencia de cadena cuando se utiliza un agente de reticulación. Los ejemplos de agentes de transferencia de cadena adecuados son tetracloruro de carbono, bromoformo, bromotriclorometano, y compuestos que tienen un grupo mercapto, por ejemplo, mercaptanos de alquilo de cadena larga y tioésteres tales como dodecil-, octil-, tetradecil- o hexadecil-mercaptanos o butil-, isooctil- o dodecil-tioglicolatos. Cuando se utiliza, la cantidad de agente de transferencia de cadena es típicamente de 0,01 % a 5 %, preferentemente de 0,1 % a 1 %, basado en el peso de los componentes de copolímero. Si el agente de reticulación se utiliza junto con un agente de transferencia de cadena, que son operaciones contradictorias para los propósitos de polimerización, no solo se observa una eficiencia excepcional sino también una compatibilidad muy alta con tensioactivos hidrófilos, tal como lo manifiesta el aumento de la transparencia del producto.

Los polímeros espesantes de poliacrilato modificados hidrofólicamente están disponibles como polímeros Acusol de Dow.

Un tipo de polímero alternativo o adicional que puede usarse se describe en el documento WO2011/117427 (Lamberti). Estos polímeros comprenden:

i) de 0,2 a 10 % en peso de un agente espesante que es un poliacrilato reticulado hinchable alcalino que puede obtenerse por polimerización de:

- a) de 20 a 70 % en peso de un monómero insaturado monoetilénicamente que contiene un grupo carboxílico;
- b) de 20 a 70 % en peso de un éster de ácido (met)acrílico;
- c) de 0,05 a 3 % en peso de un monómero insaturado que contiene uno o más grupos acetoacetilo o cianoacetilo;
- d) de 0,01 a 3 % en peso de un monómero polietilénicamente insaturado; e) de 0 a 10 % en peso de un monómero asociativo acrílico no iónico; ii) de 5 a 60 % en peso de un componente detergente que consiste en al menos un compuesto seleccionado de tensioactivos aniónicos, tensioactivos anfóteros, tensioactivos catiónicos, tensioactivos zwitteriónicos, tensioactivos no iónicos y mezclas de los mismos.

Tales poliacrilatos hinchables alcalinos reticulados que contienen uno o más grupos de acetoacetilo o cianoacetilo poseen alta capacidad de espesamiento en presencia de tensioactivos y electrolitos, proporcionan soluciones homogéneas y transparentes y poseen propiedades mejoradas de suspensión y espesantes en comparación con los poliacrilatos reticulados hinchables alcalinos de la técnica anterior. Los polímeros espesantes reticulados de este tipo están disponibles como polímeros espesantes Viscolam de Lamberti.

Partículas suspendidas

Preferentemente, la composición comprende partículas suspendidas. Estas partículas son, preferentemente, sólidas; es decir, no son ni líquidas ni gaseosas. Sin embargo, dentro del término sólido se incluyen partículas con cubiertas rígidas o deformables que pueden contener líquidos. Por ejemplo las partículas sólidas pueden ser microcápsulas, tales como encapsulados de perfume, o aditivos para el cuidado en forma encapsulada. Las partículas pueden tomar la forma de ingredientes insolubles, tales como siliconas, materiales de amonio cuaternario, polímeros insolubles, abrillantadores ópticos insolubles y otros agentes beneficiosos conocidos como se describe, por ejemplo, en el documento EP1328616. La cantidad de partículas en suspensión puede ser de 0,001 hasta 10 o incluso 20 % en peso. Un tipo de partícula sólida que se va a suspender es una señal visual, por ejemplo, el tipo de señal de película plana descrito en el documento EP13119706. La señal puede en sí contener un componente segregado de la composición detergente. Dado que la señal puede ser soluble en agua, aunque insoluble en la composición, se hace

convenientemente a partir de alcohol polivinílico modificado que es insoluble en presencia del sistema tensioactivo mixto. En ese caso, la composición detergente comprende, preferentemente, al menos 5 % en peso de tensioactivo aniónico.

5 Las partículas en suspensión pueden ser de cualquier tipo. Esto incluye encapsulados de perfume, encapsulados para cuidados y / o señales visuales u opacificante sólido en suspensión tales como mica u otros materiales anacarantes en suspensión y mezclas de estos materiales. Cuanto más coincida la densidad de las partículas en suspensión con la del líquido y cuanto más espeso es el líquido antes de la adición del estructurante externo, mayor será la cantidad de partículas que pueden suspenderse. Típicamente, hasta 5 % en peso de las partículas en suspensión puede suspenderse de forma estable utilizando el sistema de estructuración externa mixto; sin embargo, son posibles cantidades de hasta 20 % en peso.

10 La suspensión se logra proporcionando un límite elástico. El límite elástico tiene que ser mayor que la tensión impuesta a la red por las microcápsulas o señales, de lo contrario se rompe la red y las partículas pueden hundirse o flotar según si son más densas o no que el líquido base. Las microcápsulas de perfume tienen una flotabilidad casi neutra y son pequeñas, por lo que el límite elástico requerido es bajo. Las burbujas de aire son más grandes y tienen la mayor diferencia de densidad, por lo que requieren un límite elástico alto (>0,5 Pa, según el tamaño de la burbuja). Si el límite elástico no es demasiado alto, las burbujas de aire pueden escapar flotando o desenganchándose de la superficie.

15 Preferentemente, las microcápsulas comprenden una cubierta sólida. Las microcápsulas potadoras de una carga aniónica deben estar bien dispersas para evitar problemas de aglomeración. También se pueden utilizar microcápsulas con una carga catiónica. La microcápsula puede tener una cubierta de melamina-formaldehído. Otro material de la cubierta adecuado puede seleccionarse de (poli)urea, (poli)uretano, almidón / polisacárido, xiloglucano y aminoplastos.

20 El diámetro promedio de partícula de las microcápsulas se encuentra en el intervalo de 1 a 100 micrómetros y al menos 90 % en peso de las microcápsulas tiene preferentemente un diámetro en este intervalo. Más preferentemente, el 90 % en peso de las microcápsulas tiene un diámetro en el intervalo de 2 a 50 micrómetros, incluso más preferentemente de 5 a 50 micrómetros. Las más preferidas son microcápsulas con diámetros inferiores a 30 micrómetros.

25 Es ventajoso tener una distribución del tamaño de partícula muy estrecha, por ejemplo 90 % en peso de las microcápsulas en el intervalo de 8 a 11 micrómetros. Las microcápsulas en el intervalo 2 a 5 micrómetros no se pueden dispersar de un modo tan eficaz debido a la elevada área superficial de las partículas más pequeñas.

30 Preferentemente, la composición comprende al menos 0,01 % en peso de microcápsulas, preferentemente con una carga aniónica. Tales microcápsulas pueden liberar diversos agentes beneficiosos por deposición sobre sustratos tales como tejidos de lavandería. Para obtener el máximo beneficio, deberán estar bien dispersas a través de la composición de detergente líquido y la gran mayoría de las microcápsulas no deben aglomerarse de forma significativa. Todas las microcápsulas que se aglomeran durante la fabricación del líquido permanecen así en el recipiente y, por tanto, se dispensarán de forma no uniforme durante el uso de la composición. Esto es altamente indeseable. El contenido de las microcápsulas es normalmente líquido. Por ejemplo, posibles contenidos son fragancias, aceites, aditivos suavizantes de tejidos y aditivos para el cuidado de tejidos. Las microcápsulas preferidas son partículas denominadas microcápsulas de núcleo con cubierta. Tal como se utiliza en el presente documento, la expresión microcápsulas de núcleo con cubierta se refiere a encapsulados en los que una cubierta que es sustancialmente o totalmente insoluble en agua a 40 °C rodea un núcleo que comprende o consiste en un agente beneficioso (que es líquido o está dispersado en un vehículo líquido).

35 Las microcápsulas adecuadas son las descritas en el documento US-A-5 066 419 que tienen un recubrimiento friable, preferentemente un polímero aminoplástico. Preferentemente, el recubrimiento es el producto de reacción de una amina seleccionada de urea y melamina, o mezclas de las mismas, y un aldehído seleccionado de formaldehído, acetaldehído, glutaraldehído o mezclas de los mismos. Preferentemente, el recubrimiento es de 1 a 30 % en peso de las partículas.

40 Las microcápsulas de núcleo con cubierta de otros tipos también son adecuadas para su uso en la presente invención. Formas de fabricación de estas otras microcápsulas de agentes beneficiosos, tales como perfume, incluyen la precipitación y la deposición de polímeros en la interfase, tal como en coacervados, como se divulga en los documentos GB-A-751600, US-A-3341466 y EP-A-385534, así como otras vías de polimerización tales como condensación interfacial, como se describe en los documentos US-A-3577515, US-A-2003/0125222, US-A-6020066 y WO-A-03/101606. Las microcápsulas que tienen paredes de poliurea se divulgan en los documentos US-A-6 797670 y US-A-6586107. Otras solicitudes de patente relacionadas específicamente con el uso de microcápsulas de núcleo con cubierta de melamina-formaldehído en líquidos acuosos son los documentos WO-A-98/28396, WO02/074430, EP-A-1244768, US-A-2004/0071746 y US-A-2004/0142868.

45 Los encapsulados de perfume son un tipo preferido de microcápsula adecuada para su uso en la presente invención.

- Una microcápsula de perfume de núcleo con cubierta preferida comprende las divulgadas en el documento WO 2006/066654 A1. Estas comprenden un núcleo que tiene de aproximadamente 5 % a aproximadamente 50 % en peso de perfume disperso en de aproximadamente 95 % a aproximadamente a aproximadamente 50 % en peso de material vehículo. Este material vehículo es, preferentemente, un material vehículo de alcohol graso sólido no polimérico o de éster graso, o mezclas de los mismos. Preferentemente, los ésteres o alcoholes tienen un peso molecular de aproximadamente 100 a aproximadamente 500 y un punto de fusión de aproximadamente 37 °C a aproximadamente 80 °C y son sustancialmente insolubles en agua. EL núcleo que comprende el perfume y el material vehículo están recubiertos por un recubrimiento sustancialmente insoluble en agua sobre sus superficies externas. En el documento US 5.154.842 se divulgan microcápsulas similares y estas también son adecuadas.
- 5 Las microcápsulas se pueden unir a sustratos adecuados, por ejemplo para proporcionar fragancia persistente que se libera deseablemente después de completado el procedimiento de limpieza.
- 10

Composiciones de detergente líquido

- Las composiciones detergentes tienen suficiente límite elástico, también llamada tensión crítica, de al menos 0,08 Pa, preferentemente al menos 0,09 Pa, más preferentemente de al menos 0,1 Pa, incluso de al menos 0,15 Pa medida a 25 °C. Estos niveles crecientes de límite elástico son capaces de suspender las partículas de densidad cada vez diferente densidad del líquido a granel. Se ha descubierto que un límite elástico de 0,09 Pa es suficiente para suspender la mayoría de los tipos de encapsulados de perfume. La arcilla pura es inestable y no puede proporcionar estructuración eficaz de una composición líquida de detergente isotrópico acuosa. El sistema de estructuración externa mixto también permanece disperso; ni flota (para dar la separación de la capa transparente inferior), ni se hunde (para dar la separación de la capa transparente superior), Esta propia suspensión se consigue asegurando que el sistema estructurante quiere ocupar todo el volumen del líquido detergente. Esto es función de las cantidades de arcilla y de la fibra de cítricos activada usada. Para obtener esto a partir de fibra de cítricos activada sola se ha encontrado que se genera un límite elástico tan alto que las burbujas de aire se suspenden y estas desestabilizan la red estructurante.
- 15
- 20

- 25 El líquido detergente puede formularse como un líquido detergente concentrado para su aplicación directa a un sustrato, o para la aplicación a un sustrato después de la dilución, tal como dilución antes o durante el uso de la composición líquida por el consumidor o en el aparato de lavado.

- La limpieza puede llevarse a cabo simplemente dejando el sustrato en contacto durante un período de tiempo suficiente con un medio líquido constituido por o preparado a partir de la composición de limpieza líquida. Preferentemente, sin embargo, el medio de limpieza sobre o que contiene el sustrato se agita.
- 30

Forma del producto

Las composiciones detergentes líquidas son, preferentemente, composiciones de limpieza líquidas concentradas. Las composiciones líquidas son líquidos que se pueden verter.

- A lo largo de esta memoria descriptiva, todas las viscosidades indicadas son las medidas a una velocidad de cizallamiento de 20 s^{-1} y a una temperatura de 25 °C a menos que se indique lo contrario. Esta velocidad de cizallamiento es la velocidad de cizallamiento que por lo general se ejerce sobre el líquido cuando se vierte desde una botella. Las composiciones detergentes líquidas según la invención son líquidos de comportamiento pseudoplástico.
- 35

Procedimiento de fabricación

- 40 A los niveles más altos de fibra de cítricos activada requeridos para suspender las partículas más pesadas, la cantidad de agua que puede retirarse de la base para compensar la premezcla por separado se convierte en demasiado grande, por lo que la posdosificación de una premezcla estructurante no es una opción viable. En su lugar, se pueden preparar composiciones detergentes estructuradas a partir de la fibra activada a la que se añaden los otros ingredientes en su orden normal de adición. Además de permitir la incorporación del mayor nivel de fibra
- 45 activada en el líquido detergente, esto tiene la ventaja adicional de que la dispersión de la fibra activada por alto cizallamiento continúa durante la adición de los ingredientes posteriores (incluyendo la última arcilla añadida), en lugar de como una etapa de cizallamiento posterior de modo que se reduce el tiempo de retardo. Los inventores han encontrado que la mejor práctica es desairear la composición líquida antes de cargarla en recipientes. Sin embargo, el sistema estructurante externo permite una mayor flexibilidad del procedimiento y esta etapa no es esencial.

- 50 Ingredientes opcionales

- Se ha descubierto que la fibra de cítricos activada es compatible con los ingredientes habituales que se pueden encontrar en los líquidos detergentes. Entre los cuales se pueden mencionar, a modo de ejemplo: arcillas de espesamiento; enzimas, en particular: lipasa, celulasa, proteasa, mananasa, amilasa y pectato liasa; polímeros de limpieza, incluyendo polietileniminas etoxiladas (EPEI) y polímeros de liberación de suciedad de poliéster; agentes quelantes o secuestrantes, incluyendo HEDP (ácido 1-hidroxietilideno-1,1-difosfónico) que está disponible, por ejemplo como Dequest® 2010 de Thermphos; estructurantes de detergencia; hidrótopos; agentes neutralizantes y
- 55

de ajuste del pH; abrillantadores ópticos; antioxidantes y otros conservantes, incluyendo Proxel®; otros ingredientes activos, auxiliares del procesamiento, colorantes o pigmentos, vehículos, fragancias, supresores de espuma o reforzadores de espuma, agentes quelantes, agentes de eliminación de suelo de arcilla/anti-redeposición, suavizantes de material textil, agentes de inhibición de la transferencia de colorantes y catalizadores de metales de transición en una composición sustancialmente desprovista de especies de peróxigeno.

Estos y otros posibles ingredientes para incluir se describen adicionalmente en el documento WO2009153184.

Envasado

Las composiciones se pueden envasar en cualquier forma de recipiente. Normalmente, una botella de plástico con un cierre desmontable / boca de vertido. La botella puede ser rígida o deformable. Una botella deformable permite exprimir la botella para ayudar en la dispensación. Si se utilizan botellas transparentes, se pueden formar a partir de PET. Se puede usar polietileno o polipropileno clarificado. Preferentemente, el recipiente es lo suficientemente transparente como para que el líquido, con cualquier señal visual en el interior, sea visible desde el exterior. La botella puede estar provista de una o más etiquetas, o con una manga envoltura retráctil que es deseable que sea al menos parcialmente transparente, por ejemplo el 50 % del área de la manga sea transparente. El adhesivo utilizado para cualquier etiqueta transparente no debería afectar de forma adversa a la transparencia.

Ejemplos

La invención se describirá a continuación con referencia a los ejemplos no limitantes siguientes.

Medición de la curva de flujo de reología

Las curvas de flujo de reología se generan usando el siguiente protocolo de tres etapas:

- 20 Instrumento – Paar Physica – MCR300 con cambiador de muestras automático (ASC)
- Geometría – CC27, cilindro concéntrico de DIN perfilado
- Temperatura – 25 °C

Etapa 1- etapas de tensión controlada de 0,01 a 400 Pa; 40 etapas espaciadas logarítmicamente en la tensión, usándose 40 s en cada punto para medir la velocidad de cizallamiento (y por tanto, la viscosidad); la etapa 1 se termina una vez que se alcanza una velocidad de cizallamiento de $0,1 \text{ s}^{-1}$.

Etapa 2 - Etapas de velocidad de cizallamiento controlado de $0,1$ a 1200 s^{-1} ; 40 etapas espaciadas logarítmicamente en la velocidad de cizallamiento usando 6 segundos en cada punto para determinar la tensión requerida para mantener la velocidad de cizallamiento y, por tanto, la viscosidad.

30 Etapa 3 - Etapas de velocidad de cizallamiento controlado de 1200 a $0,1 \text{ s}^{-1}$; 40 etapas espaciadas logarítmicamente en la velocidad de cizallamiento usando 6 segundos en cada punto para determinar la tensión requerida para mantener la velocidad de cizallamiento y, por tanto, la viscosidad.

Los resultados de las primeras dos etapas se combinan con cuidado para eliminar cualquier solapamiento y garantizar que las velocidades de cizallamiento requeridas se consiguen al principio de la etapa.

35 El límite elástico en Pa se toma como el valor de la tensión a una velocidad de cizallamiento de $0,1 \text{ s}^{-1}$. Es decir, el equivalente de la intersección del eje y en un gráfico de Herschel–Buckley de la tensión de cizallamiento frente a la velocidad de cizallamiento. El límite elástico se tomó como el punto en el que los datos cortan la viscosidad = 10 Pa.s y la viscosidad del vertido se tomó como la viscosidad a 20 s^{-1} , ambas a 25 °C.

Las abreviaturas usadas en estos ejemplos tienen los siguientes significados:

- | | | |
|----|---------------|---|
| 40 | A820 | es el polímero espesante Acusol 820 (ej: Dow). |
| | A805S | es el polímero espesante Acusol 805S (ej: Dow). |
| | Viscolam CK57 | es un polímero espesante reticulado (CASE) de Lamberti, como se describe en el documento WO2011/117427. |
| | ACF | es premezcla al 2 % en peso de fibra de cítricos activada (500 Barg). |
| 45 | Agua | es agua desmineralizada. |
| | 5BMGX | es Tinopal Fluorescer ej. Ciba. |
| | Glicerol | es un hidrótopo. |
| | MPG | es monopropilenglicol (hidrótopo). |
| | NI | es Neodol 25–7 no iónico ej. Shell. |
| | NaOH | es base hidróxido sódico al 50 %. |
| 50 | Ácido LAS | es la forma ácida del tensioactivo aniónico alquilbenceno sulfonato de alquilo lineal. |
| | MEA | es la base monoetanolamina. |
| | TEA | es la base trietanolamina. |

- Prifac 5908 es ácido graso saturado (jabón) ej. Croda.
 SLES es tensioactivo aniónico SLES 3EO.
 Dequest 2066 es secuestrante de ácido dietilentriamina penta(metilenfosfónico) o (DTPMP heptasódico) ej. Thermphos.
- 5 Dequest 2010 es secuestrante HEDP (ácido 1-hidroxietiliden-1,1-difosfónico) ej. Thermphos.
 EPEI es polietilenimina etoxilada PE160020EO Sokalan HP20 ej. BASF.
 Encapsulados de perfume es Oasis Cap Det B72 ej. Givaudan.
 Conservante es Proxel GXL™ conservante antimicrobiano, una solución al 20 % de 1,2 benzisotiazolin-3-ona en dipropilenglicol y agua ej. Arch Chemicals.
- 10 Colorante es colorante azul patente y amarillo ácido.
 Opacificante es Acusol OP 301 ej. DOW
 Perfume es perfume sin aceite
 Enzima es la proteasa Savinase 16 L EX ej. Novozymes

Premezcla de fibra de cítricos activada

- 15 Se preparó una premezcla de fibra de cítricos activada al 2 % en peso usando los materiales indicados en la tabla 1, de acuerdo con el procedimiento siguiente.

Tabla 1

Material	% tal como se suministra	Peso (g)
Agua desmineralizada	97,92	1958,4
Proxel GXL	0,08	1,6
Herbacel AQ + tipo N	2,00	40,0

- 20 El agua desmineralizada se agitó usando un agitador con impulsor aéreo a 160 rpm. Se añadió el conservante Proxel GXL. Después, gradualmente se añadió Herbacel AQ más fibra de cítricos N (ex: Herbafoods) para asegurar que no se forman grumos. La agitación continúa durante 15 minutos adicionales para permitir que las fibras se hinchen suficiente antes de la etapa de activación. La etapa de activación se llevó a cabo mediante homogeneización a presión alta (HPH) a 500 barg.

Ejemplos 1 a 4 – Líquidos detergentes estructurados

- 25 Los líquidos detergentes como se especifica en los ejemplos siguientes se fabricaron usando la premezcla de fibra de cítricos activada al 2 % en peso descrita anteriormente. A un mezclador se añadió suficiente premezcla recién preparada para dar el nivel requerido de fibra de cítricos activada en la composición terminada y se trituró durante 10 minutos. El polímero y los ingredientes restantes para preparar el líquido se combinaron después con esta mezcla.
 30 Los encapsulados de fragancia se combinaron por último, cuando se usaron. La dispersión se llevó a cabo usando un Silverson en línea (L5T).

El contenido de polímero y la fibra de cítricos activada de los líquidos son como se proporciona en la tabla 2. Se usaron dos bases detergentes con tres polímeros espesantes diferentes: Base A: Tabla 3, y Base B: Tabla 4

Tabla 2

Ejemplo	Base	% en peso de FCA	% en peso del polímero y tipo
1	Base A	0,1	1,2 % en peso de A805S
2	Base B	0,1	1,2 % de Viscolam CK 57
3	Base B	0,1	1,2 % de A820
4	Base B	0,1	1,2 % de A805S

ES 2 561 416 T3

Tabla 3 – Base A

Componente	% en peso
Agua y productos minoritarios	57,84
FCA	0,10
Polímero espesante**	1,20
Glicerol	5,00
MPG	2,00
NI	13,72
Ácido LAS	9,15
NaOH	1,20
Prifac 5908	1,50
TEA	1,69
Ácido cítrico	0,00
SLES	4,57
Dequest 2066	0,34
Encapsulados de perfume (50 % de dispersión acuosa)	0,30
Perfume	1,39
	100,00
* colorante, fluorescente, opacificante, enzimas	
** Viscolam CK57, Acusol 820, o Acusol A805S	

Tabla 4 – Base B

Nombre	% en peso
Agua y productos minoritarios*	40,51
FCA	0,10
Polímero espesante**	1,20
MPG	11,00
Glicerol	5,00
NI	4,58
MEA	7,60
Ácido LAS	8,75
TEA	2,50
Ácido cítrico	2,50
Prifac 5908	3,00
Dequest 2010	1,50
SLES	6,82
Sulfito sódico	0,25
EPEI	3,00
Encapsulados de perfume	0,30
Perfume	1,39
TOTAL	100,00
* colorante, fluorescente, enzimas	
** Viscolam CK57, Acusol 820, o Acusol A805S	

La fibra de cítricos activada mezclada y el coestructurante polimérico permiten la suspensión de la fragancia encapsulada u otros ingredientes beneficiosos, en los ejemplos 1 – 4.

Estabilidad reológica de los líquidos estructurados

5 La reología del Ejemplo 2 se midió antes y después del almacenamiento a 50 °C. La viscosidad de vertido y el límite elástico estaban dentro de aproximadamente el 10 % de los valores originales después de un almacenamiento durante 8 semanas. Se realizaron otros ejemplos analizados y se confirmó que para 0,15 % de fibra de cítrico activada con 0,8 % de Viscolam en Base B en la cantidad de sinéresis era baja. Se encontró la misma o mejor estabilidad para la Base A.

Ejemplos 5, 6 y residuos de drenaje C

10 Se prepararon otras composiciones usando polímeros en Base A. Los niveles de polímero eran como se indica en la Tabla 5. Los residuos visibles se evaluaron añadiendo las composiciones a botellas Nunc transparentes. La botella se manipuló para asegurar que la muestra humedecía completamente las paredes verticales y después se dejó durante unos pocos minutos para drenar. El residuo de drenaje resultante en la pared se evaluó visualmente contra un líquido comparativo C hecho usando la misma base de detergente y estructurado con 0,25 % de fibra de cítricos activada. En todos los casos, los residuos del drenaje de la fibra de cítricos activada y los ejemplos poliméricos de acuerdo con la invención eran visiblemente menos de 0,25 % en peso del ejemplo comparativo. Se eligió 0,25 % en peso como comparación realista, ya que esa es la cantidad de fibras de cítrico necesaria para suspender los encapsulados de perfume de forma estable. Los inventores también analizaron polímeros en diferentes bases detergentes líquidas isotrópicas y alcanzaron el mismo resultado.

20

Tabla 5

Ejemplo	Base	% en peso de FCA	% en peso del polímero y tipo	Residuos del drenaje
5	Base A	0,10	1,2 % en peso de A805S	Visiblemente reducidos
6	Base A	0,10	1,2 % de A820	Visiblemente reducidos
C	Base A	0,25	0	Intensos

REIVINDICACIONES

1. Un líquido detergente isotrópico acuoso estructurado de manera externa, que comprende:
 - a) al menos 10 % en peso de agua,
 - b) al menos 3 % en peso de tensioactivo detergente mixto que comprende tensioactivo aniónico,
 - c) al menos 0,025 % en peso de estructurante de fibra de cítricos activada,**caracterizado porque** el líquido comprende adicionalmente al menos 0,1 % en peso de polímero espesante de poliacrilato que se hincha en agua y la viscosidad del líquido a 20 s^{-1} y a 25 °C es de al menos 0,3 Pa.s.
2. Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la viscosidad del líquido a 20 s^{-1} y a 25 °C es de al menos 0,4 Pa.s.
3. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente en un recipiente transparente.
4. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente que tiene un límite elástico de al menos 0,1 Pa y que además comprende al menos 0,01 % en peso de partículas suspendidas.
5. Una composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que las partículas suspendidas comprenden microcápsulas.
6. Una composición de acuerdo con la reivindicación 5, en la que las microcápsulas comprenden encapsulados de perfume.
7. Una composición de acuerdo con la reivindicación 4, en la que las partículas suspendidas comprenden señales visuales.
8. Una composición de acuerdo con la reivindicación 7, en la que las señales visuales son partículas lamelares formadas por láminas de película polimérica.
9. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente que comprende al menos 1 % en peso de polímero espesante.
10. Una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende adicionalmente un colorante.