

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 194**

51 Int. Cl.:

C11D 3/22 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.07.2012 PCT/US2012/046655**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.01.2013 WO13016029**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2012 E 12738692 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 2737041**

54 Título: **Proceso para la producción de una composición que contiene un modificador de la reología**

30 Prioridad:

27.07.2011 US 201161512127 P
03.07.2012 EP 12174799

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.12.2017

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

JONES, CHRISTOPHER, STEPHEN;
YALDIZKAYA, NURAY;
PINNA, RAFFAELE;
TIDEMAN, JEROEN y
KEULEERS, ROBBY, RENILDE FRANCOIS

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 646 194 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de una composición que contiene un modificador de la reología

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para generar una solución prácticamente exenta de aire, y para lograr una dispersión óptima del modificador de la reología antes de mezclarla con el resto de ingredientes para generar la composición final. Son ejemplos no limitativos de composiciones finales que pueden obtenerse composiciones para lavado de vajillas, composiciones limpiadoras de superficies duras y/o composiciones limpiadoras, composiciones para el lavado de ropa y/o para el cuidado de los tejidos. Sin embargo, dichos procesos se pueden utilizar también para generar lociones para toallitas, pasta de dientes, y/o colorantes para el cabello.

15 Antecedentes de la invención

Generalmente, se sabe que es crucial dispersar de forma adecuada un modificador de la reología cristalino hinchable en agua y/o no soluble en agua en un medio antes de la hidratación. Si las partículas no se dispersan de forma eficaz, se aglomerarán, y la rápida hidratación de la superficie exterior puede dar lugar a una capa de gel que bloqueará el acceso del agua al resto de las partículas, lo que a su vez da lugar a aglomerados hinchados que pueden requerir un tiempo y aplicación de cizalla adicionales significativos para su disolución. Dichos aglomerados pueden obstruir las tuberías y/o los puntos de entrada, especialmente cuando se utilizan en un proceso en línea y pueden ocasionar un atrapamiento de aire excesivo.

Habitualmente se utiliza mezclado por alto cizallamiento para minimizar la tendencia de las partículas a entrar en contacto entre sí y aglomerarse, facilitando así el proceso de disolución, lo que, sin embargo, introduce inconvenientes tales como la alta incorporación de aire y el alto consumo de energía. El mezclado de bajo cizallamiento requiere una especial atención en cuanto a la técnica de dispersión y puede tardarse más tiempo en completarse la dispersión.

Los métodos convencionales de dispersión de un modificador de la reología cristalino hinchable en agua y/o no soluble en agua, especialmente en polvo y/o en forma sólida, comprenden la dispersión de las partículas de polvo en un disolvente acuoso, de forma típica agua.

US-6.051.541, US-6.271.192 y US-2007/0249514 describen la dispersión de un modificador de la reología o de un sistema modificador de la reología en agua; y US-2004/0072715 describe disolver una parte de una composición sólida que comprende un modificador de la reología, un agente solidificante y un tensioactivo con un disolvente.

El problema que surge con dichas técnicas convencionales es que el aire se incorpora y queda atrapado en la mezcla lo que, a su vez, puede introducir inconvenientes de procesabilidad debido al aumento de viscosidad que se produce al aplicar la cizalla, por lo que ya en la etapa de dispersión puede ser necesario aplicar alto cizallamiento para corregir la dispersión de las partículas sólidas.

El problema del aumento de la viscosidad se vuelve especialmente relevante si se necesita una etapa de activación, después de la dispersión, especialmente cuando el modificador de la reología es un polímero cristalino no soluble en agua tal como la celulosa microfibrilada (MFC). En esos casos, la etapa de dispersión va seguida generalmente de una etapa de activación en la que la mezcla se somete a un procesamiento de alto cizallamiento intenso. En WO2009/101545A1 se ilustra un ejemplo de dicho procedimiento.

La etapa de activación sirve para expandir la parte de celulosa para crear una red reticulada de fibras altamente entrelazadas con una superficie específica muy alta. Sin embargo, la presencia de aire atrapado en esta etapa puede alterar la generación de la red reticulada deseada limitando la eficacia en peso de la tecnología, especialmente en cuanto a su capacidad de desarrollarse en la composición final.

Por lo tanto, todos esos procesos tienen el problema de la acumulación de aire en la mezcla lo que da lugar, a su vez, a una mala dispersión del polvo, tiempo de disolución, y altas necesidades energéticas.

Un intento de retirar aire de mezclas similares ha sido incorporando una etapa de desgasificación (o desaireación) aparte y/o adicional en el proceso. Dicha etapa incluye mantener y/o almacenar la composición durante un tiempo suficiente para permitir que el gas (o el aire) salga de la composición. Un ejemplo se ilustra en WO2011056953. Dicha etapa de desgasificación, sin embargo, introduce un número de inconvenientes tales como un mayor tiempo de espera, coste de almacenamiento, ineficacia en la línea de producción, costes de mantenimiento/recursos, etc.

Continúa siendo necesario un proceso que minimice el contenido en aire de una mezcla de un modo eficiente y rentable. Es especialmente deseable minimizar el contenido de aire en el proceso. "En el proceso" significa en la

presente memoria que no hay ninguna etapa de desaireación aparte y/o adicional para retirar el aire, sino que se permite la liberación del aire de la mezcla durante el procesamiento.

5 El proceso de la presente invención permite generar una dispersión prácticamente exenta de aire y homogénea antes del mezclado con el resto de ingredientes de la composición final para resolver los problemas del estado de la técnica arriba indicados.

10 Las ventajas de la presente invención incluyen: un menor riesgo de que se desarrollen microorganismos en la suspensión acuosa debido a la práctica ausencia de agua, reducido atrapamiento de aire, alta actividad de la suspensión acuosa, poco tiempo de disolución y pocas necesidades energéticas.

15 En un aspecto de la presente invención, otra ventaja comprende el menor riesgo de apelmazamiento, lo que, a su vez, permite una mayor actividad de la suspensión acuosa minimizándose al mismo tiempo el atrapamiento de aire.

Otras ventajas de la presente invención resultarán evidentes al experto en la técnica cuando lea la descripción detallada con referencia a las figuras.

20 **Sumario de la invención**

25 La invención se refiere a un proceso para la producción de una composición que contiene un modificador de la reología que comprende las siguientes etapas: proporcionar un modificador de la reología, en donde dicho modificador de la reología se selecciona del grupo que consiste en un polímero hinchable en agua, un polímero cristalino no soluble en agua, y mezclas de los mismos; proporcionar un vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro; y dispersar dicho modificador de la reología en dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro para generar una suspensión acuosa que tiene una viscosidad inferior a 2000 mPas a $0,1 \text{ s}^{-1}$ y $20 \text{ }^\circ\text{C}$ cuando se mide utilizando un reómetro AR 1000.

30 **Breve descripción de los dibujos**

La Fig. 1 es un diagrama esquemático que ilustra el proceso según una realización de la presente invención.

La Fig. 2 es un diagrama esquemático que ilustra el proceso según una realización de la presente invención.

35 **Descripción detallada de la invención**

En la presente memoria “composición de fase única” significa que la composición líquida no comprende más de una fase líquida visualmente identificable.

40 En la presente memoria “composición multifase” significa que la composición líquida tiene propiedades químicas y/o físicas prácticamente no uniformes, de modo que genera más de una fase líquida visualmente distinguible.

45 En la presente memoria “prácticamente exenta de aire” significa que el contenido en aire de la solución (o suspensión acuosa) es inferior al 3 %, preferiblemente inferior al 2 %, más preferiblemente inferior al 1 %, aún más preferiblemente inferior al 0,5 %, aún más preferiblemente inferior al 0,2 %, con máxima preferencia inferior al 0,1 %, según el método de ensayo descrito en la presente memoria.

50 En la presente memoria “el vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro” significa que el vehículo líquido miscible en agua no contiene más del 15 %, preferiblemente no más del 10 %, más preferiblemente no más del 5 %, aún más preferiblemente inferior al 3 %, con máxima preferencia inferior al 1 %, de agua en peso del vehículo.

En la presente memoria “mezclado de alta intensidad” significa una etapa de mezclado suficiente para activar la celulosa microfibrilada (MFC) para proporcionar la tensión de fluencia deseada.

55 En la presente memoria “mezclado de baja intensidad” significa una etapa de mezclado suficiente para dispersar una fase sólida en una fase líquida o mezclado de dos o más fases líquidas para obtener una fase homogénea única.

60 En la presente memoria “saturación” significa el nivel de concentración de fase sólida tras el cual la suspensión acuosa ya no puede dispersar y/o disolver dicha fase sólida sin generar un precipitado y/o la viscosidad supera 2000 mPas a 0.1 s^{-1} y $20 \text{ }^\circ\text{C}$ utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria.

65 En la presente memoria “activación” significa el proceso mediante el cual se deja que las fibras cristalinas o el polvo previamente dispersado creen una red de dispersión más homogénea, proporcionando en cuanto tal una mayor tensión de fluencia a la composición final.

En la presente memoria “tensión de fluencia” significa la fuerza requerida para iniciar la fluencia en el sistema de tipo gel; es indicativa de la capacidad de un fluido, así como de la capacidad del fluido de permanecer *in situ* después de aplicarlo a una superficie vertical. Cuanto mayor es la tensión de fluencia, mayor es la capacidad del fluido de suspender partículas sólidas.

En la presente memoria “desgasificación” o “desaireación” significa mantener y/o almacenar la mezcla y/o composición durante un tiempo suficiente para permitir la liberación de aire de dicha composición y de forma opcional aplicar etapas de procesamiento adicionales tales como la generación de un vacío durante el mantenimiento/almacenamiento para aumentar la velocidad de desgasificación.

En la presente memoria “proceso en línea” o “proceso continuo” significa que las etapas del proceso se siguen de forma continua con una interrupción mínima y/o sin interrupción, añadiendo de forma típica los ingredientes directamente en una tubería continua para generar la composición final.

En la presente memoria “proceso discontinuo” significa que las etapas de proceso se siguen de forma secuencial y en donde el intervalo de tiempo entre dichas etapas es mayor que en un proceso en línea. De forma típica cada etapa del proceso se efectúa en un recipiente.

Proceso

El proceso según la presente invención comprende una primera etapa y se sigue de forma típica en un número de etapas sucesivas. La primera etapa del proceso comprende una etapa de generación de suspensión acuosa, dicha etapa de generación de suspensión acuosa puede ir seguida de una etapa de generación de premezcla, una etapa de activación de premezcla y una etapa de mezclado final, Fig. 1.

De forma alternativa, dicha etapa de generación de suspensión acuosa va seguida de una etapa de mezclado absoluto y una etapa de activación absoluta, Fig. 2.

El orden de etapas arriba indicado es el preferido, aunque se puede llevar a cabo una variación en el orden de dichas etapas sin salirse del ámbito de la presente invención. Las diferentes operaciones unitarias del proceso de la invención se pueden llevar a cabo en cualquier régimen de flujo, incluido flujo laminar, de transición y turbulento.

Sin pretender imponer ninguna teoría, resulta problemático evitar el atrapamiento de aire al comienzo del proceso (es decir, en la etapa de generación de suspensión acuosa) debido a la adición de partículas sólidas para generar una dispersión homogénea. Una vez generada una suspensión acuosa prácticamente exenta de aire, todavía es necesario tener cuidado para no introducir cantidades sustanciales de aire en las etapas siguientes del proceso, pero se puede hacer siguiendo buenas prácticas de diseño como es conocido en la técnica.

Etapas de generación suspensión acuosa

El proceso para la producción de una composición que contiene un modificador de la reología según la presente invención comprende las etapas de: (a) proporcionar un modificador de la reología en donde dicho modificador de la reología es un polímero hinchable en agua y/o un polímero cristalino no soluble en agua, preferiblemente en polvo; (b) proporcionar un vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro; y (c) dispersar dicho polímero hinchable en agua o polímero cristalino no soluble en agua en el vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro para generar una suspensión acuosa que tiene una viscosidad inferior a 2000 mPas, preferiblemente inferior a 1500 mPas, más preferiblemente inferior a 1000 mPas, aún más preferiblemente 500 mPas, con máxima preferencia inferior a 250 mPas, medida a 0.1 s^{-1} y a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria, teniendo dicha suspensión acuosa preferiblemente dicho polímero hinchable en agua y/o polímero cristalino no soluble en agua completamente dispersado en la misma para proporcionar una suspensión acuosa estable. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que una suspensión acuosa con dichos intervalos de viscosidad permite una desaireación natural en el proceso a temperatura ambiente y presión atmosférica. “Desaireación natural” o “desaireación en el proceso” quiere decir en la presente memoria que el aire se disipa durante el proceso sin etapas de mantenimiento/almacenamiento adicionales, lo cual se logra de forma típica cuando se genera una suspensión acuosa prácticamente exenta de aire en menos de 20 minutos, preferiblemente en menos de 15 minutos, más preferiblemente en menos de 10 minutos, con máxima preferencia en menos de 5 minutos, utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria.

En una realización preferida, el vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro tiene una viscosidad inferior a 2000 mPas, preferiblemente inferior a 1500 mPas, más preferiblemente inferior a 1000 mPas, aún más preferiblemente inferior a 500 mPas, aún más preferiblemente inferior a 250 mPas, medida, con máxima preferencia inferior a 100 mPas, a $0,1 \text{ s}^{-1}$ y $20 \text{ }^\circ\text{C}$, utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria.

Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que asegurando que la viscosidad de la suspensión acuosa inicial se mantiene lo suficientemente baja, se permite una rápida disipación de las burbujas de aire que se hayan

podido formar durante la dispersión del modificador de la reología en el vehículo. De este modo, durante la etapa de generación de la suspensión acuosa se permite la liberación del aire que se haya generado en la suspensión acuosa con el mezclado, por lo que no es necesario tener que realizar etapas de desaireación.

- 5 Es deseable preparar una suspensión acuosa próxima al punto de saturación, logrando al mismo tiempo preferiblemente una baja viscosidad, especialmente cuando la etapa de dispersión va seguida de etapas de proceso posteriores efectuadas en una configuración de proceso en línea y/o en continuo. Sin pretender imponer ninguna teoría, las etapas de proceso en línea garantizarán que no se introduzca aire adicional.
- 10 En una realización preferida, dicha suspensión acuosa se genera en un proceso discontinuo. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que es muy difícil mezclar líquidos con perfiles de reología significativamente diferentes (es decir, cinéticas de flujo significativamente diferentes) en una configuración de proceso continuo o en línea y da lugar a numerosos inconvenientes. De hecho, cuando se formula una solución que contiene un modificador de la reología de un perfil de reología similar al del líquido base, solo se pueden añadir niveles muy bajos de dicho modificador de la reología, de forma típica de hasta el 2 % en peso, lo que queda lejos del punto de saturación. Además, en una configuración de proceso continuo o en línea, el aire que pueda estar presente o generarse en las etapas iniciales del proceso permanece atrapado, lo cual no es muy eficaz en términos de ineficacia de almacenamiento y baja actividad, además de que hace más complicado el procesamiento de detergentes líquidos concentrados de bajo contenido en agua debido al escaso margen de formulación sin agua. Por otra parte, esto se puede efectuar en un montaje de proceso discontinuo que permite disponer de más tiempo para un mezclado más homogéneo. En un proceso discontinuo se puede generar una solución que contiene modificador de la reología próxima a la saturación. La preparación de una suspensión acuosa próxima a la saturación antes de introducirla en el proceso en línea contribuye a superar los problemas de incorporación de aire, de dosificación, problemas de bloqueo de línea/tubería que son si no inherentes a una configuración continua o en línea. Transferir dicha suspensión acuosa generada en discontinuo a un proceso continuo y/o en línea permite mantener las ventajas anteriormente mencionadas durante todas las demás etapas opcionales del proceso.
- 25

La suspensión acuosa se puede generar en un tanque que preferiblemente incluye un sistema de recirculación.

- 30 La naturaleza del vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro es un factor importante para alcanzar dicha baja viscosidad. Sin pretender imponer una ninguna teoría, se cree que la viscosidad de la suspensión acuosa dependerá del % en peso del agua presente, de modo que si se genera un aumento de viscosidad general demasiado pronunciado debido a los polímeros hinchables en agua o a los polímeros cristalinos no solubles en agua que absorben dicha agua y aumentan la tensión de fluencia eficaz del líquido e impide o reduce en gran medida la desaireación natural de las burbujas de aire de la suspensión acuosa. Es deseable por lo tanto dispersar de forma eficaz dichos polímeros hinchables en agua o polímeros cristalinos no solubles en agua con un vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro y minimizar el contenido en aire antes de mezclar con agua.
- 35
- 40 En una realización preferida, el proceso comprende la etapa de proporcionar una sal polivalente, preferiblemente un policarboxilato, más preferiblemente una sal trivalente, aún más preferiblemente un citrato trivalente, preferiblemente que tiene la fórmula $[C_3H_4OH(COO)_3]^{3-}$, a la suspensión acuosa. Las sales polivalentes arriba descritas contribuyen a ralentizar en gran medida la sedimentación y/o apelmazamiento que se origina si no rápidamente tras la dispersión y manejo del modificador de la reología, especialmente cuando el contenido en sólidos es alto. “Contenido en sólidos alto” se refiere en la presente memoria al nivel de modificador de la reología en el punto de saturación o cerca de este. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que los iones polivalentes de la sal añadida forman una doble capa eléctrica sobre la superficie de las partículas sólidas. Esta doble capa da lugar a una fuerza de repulsión electrostática entre las partículas sólidas. Otras fuerzas de interacción que se dan siempre entre las partículas son la fuerza de atracción de Van der Waals y la fuerza de repulsión de Born. Según la teoría de DLVO (teoría de Derjaguin, Landau, Verwey y Overbeek) la fuerza de interacción total entre partículas consiste en la suma de todas las fuerzas de atracción y de repulsión. Las distancias para las que las fuerzas de atracción superan las fuerzas de repulsión electrostática se llaman el mínimo primario y secundario. En estos mínimos de energía los coloides pueden flocular. Sin fuerza de repulsión electrostática las partículas floculan de forma irreversible a corta distancia en el primer mínimo, dando lugar a una torta sólida que es extremadamente difícil de volver a dispersar en el proceso. Cuando se añade una fuerza de repulsión electrostática al sistema mediante la adición de las sales arriba mencionadas, se puede producir una débil floculación de las partículas sólidas en el mínimo secundario alejadas unas de otras. Esta débil floculación es irreversible, por lo que se evita la formación de una torta sólida y las partículas se pueden volver a dispersar utilizando baja energía con agitación sencilla. Como la floculación en el mínimo secundario mantiene las partículas más apartadas que la floculación en el mínimo primario, también se estabilizará la suspensión. Una suspensión optimizada se puede obtener mediante un ajuste cuidadoso de los parámetros del sistema. Una suspensión optimizada tiene las siguientes características: un sistema con carga sólida maximizada, a la estabilización máxima, a la viscosidad mínima, en la que no se forman tortas sólidas tras la sedimentación y en la que no hay tensión de fluencia. Las ventajas de dicha realización incluyen: mayor actividad de la suspensión acuosa, menor atrapamiento de aire y menor riesgo de obstrucción y/o bloqueo.
- 50
- 55
- 60
- 65

5 Cuando se añade una sal polivalente del modo arriba descrito a la suspensión acuosa, la viscosidad de la suspensión acuosa puede aumentar. Sin embargo, se ha descubierto que cuando la relación de modificador de la reología a sal polivalente es de entre 1000:1 y 1:1, preferiblemente de entre 500:1 y 5:1, más preferiblemente de entre 200:1 y 10:1, aún más preferiblemente de entre 150:1 y 10:1, con máxima preferencia de entre 100:1 y 10:1, se logra un equilibrio correcto entre viscosidad y estabilidad de la suspensión acuosa. Se ha descubierto que la adición de la sal polivalente en las citadas relaciones da lugar a una estabilidad y desaireación natural óptima de la suspensión acuosa.

10 En una realización, dicho modificador de la reología, preferiblemente en forma de polvo, se añade en una cantidad superior al 0 % en peso de la suspensión acuosa hasta la saturación, preferiblemente en una cantidad igual a o próxima a la saturación.

En una realización preferida la etapa (c) se lleva a cabo con un mezclado de baja intensidad.

15 En una realización preferida, se permite la liberación de aire de la suspensión acuosa durante y/o después de la etapa de dispersión del polímero hinchable en agua y/o del polímero cristalino no soluble en agua en el vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro.

20 En una realización, dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro se selecciona del grupo que consiste en tensioactivos, humectantes, polímeros, aceites y mezclas de los mismos. Preferiblemente, dicho vehículo líquido miscible en agua anhidro se selecciona del grupo que consiste en tensioactivos, humectantes y mezclas de los mismos. Más preferiblemente, dicho vehículo líquido miscible en agua anhidro es un tensioactivo, preferiblemente un tensioactivo no iónico.

25 Si el tensioactivo, humectante, polímero o aceite utilizados como vehículo tienen una viscosidad superior a los intervalos preferidos descritos en la presente memoria, se mezclan con cualquiera de los otros vehículos líquidos miscibles en agua anhidros adecuados para lograr una viscosidad general dentro de los intervalos descritos en la presente memoria.

30 Los tensioactivos adecuados como vehículo líquido miscible en agua anhidro se seleccionan del grupo que consiste en tensioactivo catiónico, tensioactivo no iónico y mezclas de los mismos. El tensioactivo adecuado más preferido como vehículo líquido miscible en agua anhidro es un tensioactivo no iónico. También se pueden considerar otros tipos de tensioactivos tales como tensioactivos aniónicos, incluidos los alquilsulfatos, alquiletoxisulfatos, y alquilbencenosulfonatos, semipolares, incluidos los óxidos de amina o tensioactivos de ion híbrido, incluidas las betaínas, sin embargo, son menos preferidos ya que las variantes comerciales comprenden de forma típica cantidades considerables de agua o están disponibles como pastas altamente viscosas.

35 Los tensioactivos no iónicos adecuados como vehículo líquido miscible en agua anhidro incluyen los productos de condensación de alcoholes alifáticos con 1 a 25 moles de óxido de etileno, óxido de propileno o mezclas de los mismos. La cadena alquílica del alcohol alifático puede ser lineal o ramificada, primaria o secundaria y generalmente contiene de 8 a 22 átomos de carbono. Son especialmente preferidos los productos de condensación de alcoholes que tienen un grupo alquilo que contiene de 10 a 18 átomos de carbono, preferiblemente de 10 a 15 átomos de carbono con una cantidad de 2 a 18 moles, preferiblemente de 2 a 15, más preferiblemente 5-12 de óxido de etileno por mol de alcohol.

45 Son también adecuados los alquilpoliglucósidos que tienen la fórmula $R^2O(C_nH_{2n}O)_t(\text{glicosilo})_x$ (fórmula (I)), en donde R^2 de la fórmula (I) se selecciona del grupo que consiste en alquilo, alquilfenilo, hidroxialquilo, hidroxialquilfenilo, y mezclas de los mismos, en donde los grupos alquilo contienen de 10 a 18, preferiblemente de 12 a 14, átomos de carbono; n de fórmula (I) es 2 ó 3, preferiblemente 2; t de fórmula (I) es de 0 a 10, preferiblemente 0; y x de fórmula (I) es de 1,3 a 10, preferiblemente de 1,3 a 3, con máxima preferencia de 1,3 a 2,7. El glicosilo se deriva preferiblemente de la glucosa. Son también adecuados los alquilgliceroléteres y los ésteres de sorbitán.

50 Son también adecuados los tensioactivos de tipo amida de ácido graso que tienen la fórmula (II):

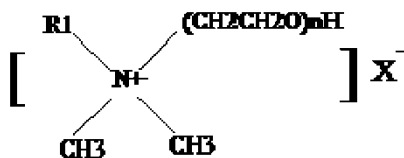


(II)

55 en donde R^6 de la fórmula (II) es un grupo alquilo que contiene de 7 a 21, preferiblemente de 9 a 17, átomos de carbono y cada R^7 de la fórmula (II) se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo C_1 - C_4 , hidroxialquilo C_1 - C_4 , y $-(C_2H_4O)_xH$ donde x de fórmula (II) varía de 1 a 3. Las amidas preferidas son amidas de amoníaco C_8 - C_{20} , monoetanolamidas, dietanolamidas e isopropanolamidas.

Los tensioactivos no iónicos más preferidos son los productos de condensación de alcoholes alifáticos y óxido de etileno, más especialmente etoxilados de alcohol con un valor de balance hidrófilo-lipófilo (HLB) superior a 10. Aún más preferidos son los etoxilados de alcohol con un valor de HLB superior a 12. Ejemplos adecuados incluyen Neodol 91/8 de Shell company y Lutensol XL79, XP99 o XP80 de BASF.

Los tensioactivos catiónicos adecuados como vehículo líquido miscible en agua anhidro son tensioactivos de amonio cuaternario. Los tensioactivos de amonio cuaternario adecuados se seleccionan del grupo que consiste en tensioactivos mono N-alkil o alquenil amonio C₆-C₁₆, preferiblemente N-alkil o alquenil amonio C₆-C₁₀, en donde las posiciones N restantes están sustituidas por grupos metilo, hidroxietilo o hidroxipropilo o grupos bencilo sustituidos o no sustituidos. Otro tensioactivo catiónico preferido es un éster alquílico o alquenílico C₆-C₁₈ de un alcohol de amonio cuaternario, tal como ésteres cuaternarios de cloro. Más preferiblemente, los tensioactivos catiónicos tienen la fórmula (III):



(III)

en donde R1 en la fórmula (III) es hidrocarbilo C₈-C₁₈ y mezclas de los mismos, preferiblemente, alquilo C₈₋₁₄, más preferiblemente, alquilo C₈, C₁₀ o C₁₂, y X en la fórmula (III) es un anión, preferiblemente, cloruro o bromuro. Otros tensioactivos catiónicos preferidos son cloruro de alquil benzalconio o cloruros de alquilbenzalconio sustituidos tales como las líneas Barquat o Bardac de la compañía Lonza.

Los humectantes adecuados de la presente memoria incluyen aquellas sustancias que presentan una afinidad por el agua, y ayudan a potenciar la absorción de agua sobre un sustrato. Ejemplos no limitativos específicos de humectantes especialmente adecuados incluyen glicerol; diglicerol; Polietilenglicol (PEG-4) y sus derivados; propilenglicol; hexilenglicol; butilenglicol; dipropilenglicol; triacetato de glicerilo; ácido láctico; urea; polioles como el sorbitol, el xilitol y el maltitol; polioles poliméricos como la polidextrosa y mezclas de los mismos. Humectantes adecuados adicionales son humectantes poliméricos de la familia de los polisacáridos solubles en agua y/o hinchables tales como el ácido hialurónico, la quitosana y/o un polisacárido rico en fructosa que es, p. ej., comercializado como Fucogel®1000 (CAS-Nr 178463-23-5) por SOLABIA S. Otros humectantes adecuados pueden ser disolventes orgánicos, preferiblemente disolventes próticos o apróticos caracterizados por un momento dipolar superior a 5,003x10⁻³⁰ C.m (1,5 D). Ejemplos no limitativos incluyen disolventes polares seleccionados del grupo que consiste en cetonas, incluida la acetona; ésteres, incluido el acetato de metilo y el acetato de etilo; alcoholes; glicoles; y mezclas de los mismos. Los más preferidos son alcoholes, glicoles o mezclas de los mismos.

Los alcoholes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en etanol, metanol, propanol, butanol, alcohol isopropílico, alcohol isobutílico y mezclas de los mismos, preferiblemente etanol. Los glicoles preferidos adecuados como vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro incluyen etilenglicol, propilenglicol, polialquilenglicol, polipropilenglicol, y mezclas de los mismos.

Los polímeros preferidos adecuados como vehículo líquido miscible en agua anhidro son polímeros cargados, preferiblemente polímeros catiónicos, más preferiblemente polisacáridos cuaternizados. Los polímeros polisacáridos cuaternizados se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en derivados de celulosa catiónicos, guares catiónicos, derivados de almidón catiónicos y mezclas de los mismos.

Los aceites adecuados como vehículo líquido miscible en agua anhidro se seleccionan del grupo que consiste en aceite mineral, perfumes, y mezclas de los mismos.

Los polímeros hinchables en agua o hidrogeles son modificadores de la reología adecuados y se caracterizan por la pronunciada afinidad de sus estructuras químicas por las soluciones acuosas en las que se hinchan. Los polímeros que aumentan la reología mediante la generación de una red cristalina fibrosa cuando se activan en una solución acuosa son también modificadores adecuados de la reología, y se denominan de forma típica polímeros cristalinos no solubles en agua. Dichas redes poliméricas pueden ser desde ligeramente absorbentes, reteniendo de forma típica un 30 % del agua en su estructura, hasta superabsorbentes, en cuyo caso retienen muchas veces su peso en fluidos acuosos. Para preparar las composiciones de la presente invención se puede utilizar cualquier polímero soluble en agua y/o hinchable en agua natural, semisintético o sintético.

El modificador de la reología utilizado en la presente memoria se selecciona del grupo que consiste en polímeros hinchables en agua, polímeros cristalinos no solubles en agua, y mezclas de los mismos. Los polímeros hinchables en agua preferidos se seleccionan del grupo que consiste en polímeros hinchables en agua naturales, semisintéticos o

sintéticos, preferiblemente del grupo que consiste en poliacrilatos, polimetacrilatos, poliacrilamidas, polimetacrilamidas, poliuretanos y copolímeros de los mismos, polisacáridos, éteres de celulosa, gomas, y mezclas de los mismos.

5 Los polímeros hinchables en agua sintéticos se pueden preparar siguiendo diferentes estrategias de síntesis, incluidos (i) polielectrolitos sometidos a reticulación covalente, (ii) polímeros asociativos que consisten en componentes hidrófilos o hidrófobos (reticulación “eficaz” mediante puentes de hidrógeno), y (iii) redes de polímero físicamente interpenetrantes que proporcionan polímeros absorbentes de alta resistencia mecánica. Se entiende que las estrategias arriba mencionadas no son excluyentes. Los esfuerzos se han centrado en diseñar geles compuestos que dependen del equilibrio entre interacciones polímero-polímero y polímero-disolvente ante diversos estímulos, incluidos los cambios en la temperatura, el pH, la resistencia iónica, el disolvente, la concentración, la presión, la resistencia, la intensidad de la luz, y los campos eléctricos o magnéticos. Ejemplos típicos de polímeros hinchables en agua sintéticos incluyen, aunque no de forma limitativa, poliacrilatos, polimetacrilatos, poliacrilamidas, polimetacrilamidas, poliuretanos y copolímeros de los mismos que incluyen modificaciones hidrófobas.

15 Los polímeros hinchables en agua naturales incluyen polisacáridos. Los polisacáridos adecuados pueden incluir, aunque no de forma limitativa, éteres de celulosa, guar, derivados de guar, goma de algarrobo, capsicum, goma arábica, goma ghatti, goma karaya, goma tragacanto, carragenato, agar, algina, xantano, escleroglucano, dextrano, pectina, almidón, quitina y quitosana.

20 Los derivados de guar semisintéticos para usar en la invención incluyen carboximetil guar (CM guar), hidroxietil guar (HE guar), hidroxipropil guar (HP guar), carboximetilhidroxipropil guar (CMHP guar), guar catiónico, guar hidrófobamente modificado (HM guar), carboximetil guar hidrófobamente modificado (HMCM guar), hidroxietil guar hidrófobamente modificado (HMHE guar), hidroxipropil guar hidrófobamente modificado (HMHP guar), hidroxipropil guar hidrófobamente modificado catiónico (HMHP guar catiónico), carboximetilhidroxipropil guar hidrófobamente modificado (HMCMHP guar) y guar catiónico hidrófobamente modificado (guar catiónico HM).

30 Los polímeros hinchables en agua semisintéticos incluyen éteres de celulosa modificada. Los éteres de celulosa para usar en la invención incluyen hidroxietil celulosa (HEC), hidroxipropil celulosa (HPC), etilhidroxietil celulosa soluble en agua (EHEC), carboximetil celulosa (CMC), carboximetilhidroxietil celulosa (CMHEC), hidroxipropilhidroxietil celulosa (HPHEC), metil celulosa (MC), metilhidroxipropil celulosa (MHPC), metilhidroxietil celulosa (MHEC), carboximetilmetil celulosa (CMMC), carboximetil celulosa hidrófobamente modificada (HMCMC), hidroxietil celulosa hidrófobamente modificada (HMHEC), hidroxipropil celulosa hidrófobamente modificada (HMHP), etilhidroxietil celulosa hidrófobamente modificada (HMEHEC), carboximetilhidroxietil celulosa hidrófobamente modificada (HMCMHEC), hidroxipropilhidroxietil celulosa hidrófobamente modificada (HMHPHEC), metil celulosa hidrófobamente modificada (HMMC), metilhidroxipropil celulosa hidrófobamente modificada (HMMHP), metilhidroxietil celulosa hidrófobamente modificada (HMMHEC), carboximetilmetil celulosa hidrófobamente modificada (HMCMMC), hidroxietil celulosa catiónica (HEC catiónica) e hidroxietil celulosa hidrófobamente modificada catiónica (HMHEC catiónica).

40 Son preferidos los polímeros cristalinos no solubles en agua debido a la mayor eficacia en términos de peso y eficacia para proporcionar una alta cantidad de producto acabado final. La más preferida es la celulosa en forma de microfibras microfibrilada, también denominada celulosa microfibrilada (MFC), tal como se describe en los documentos US 2008/0108714 (CP Kelco) o US2010/0210501 (P&G), o derivados de las mismas: tales como derivados obtenidos con el uso de bacterias, derivados de pulpa u otro tipo de derivados. Dichos polímeros cristalinos no solubles en agua se pueden utilizar para proporcionar una suspensión de materia en forma de partículas a sistemas espesados mediante tensioactivos, así como en formulaciones con concentraciones elevadas de tensioactivos. Cuando se usa MFC como modificador de la reología, está presente de forma típica en el producto acabado a concentraciones de aproximadamente el 0,01 % a aproximadamente el 1 %, pero la concentración puede variar dependiendo del producto deseado. En una realización preferida, la MFC se utiliza con coagentes tales como hidrocoloides cargados que incluyen, aunque no de forma limitativa, carboximetilcelulosa o goma guar catiónicamente modificada, y/o agentes de co-procesamiento tales como CMC, goma xantano, y/o goma guar con las celulosa microfibrilada. En US-2008/0108714 se describe MFC junto con goma xantano, y CMC en una relación de 6:3:1, y MFC, goma guar, y CMC en una relación de 3:1:1. Estas mezclas permiten preparar MFC como un producto seco que se puede “activar” con mezclado de alta intensidad en agua u otras soluciones de base acuosa. La “activación” se produce de forma típica después de añadir las mezclas de MFC al agua y de hidratar los otros agentes/agentes de coprocesamiento. Tras la hidratación de los otros agentes/agentes de coprocesamiento, se necesita entonces generalmente un mezclado de alta intensidad para producir eficazmente una red funcional tridimensional que presente un punto de fluencia verdadero. Un ejemplo de una MFC comercial es Cellulon® de CPKelco.

60 Cuando se utiliza un polímero cristalino no soluble en agua, la adición de un coadyuvante de humectación facilitará y acelerará la cinética de hidratación del polímero no soluble. Los agentes humectantes adecuados se seleccionan del grupo que consiste en tensioactivos, polímeros solubles en agua, humectantes, y mezclas de los mismos.

65 El coadyuvante de humectación más preferidos es un tensioactivo, preferiblemente un tensioactivo no iónico debido a sus propiedades anfífilas. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que el tensioactivo no iónico se situará en la interfase de matriz formada entre las fibras y la estructura cristalina y favorecerá la hidratación

arrastrando agua a las fibras cristalinas gracias a la cabeza hidrófila. Se cree además que la presencia de un tensioactivo no iónico facilitará la etapa de generación de premezcla, cuando esté presente.

Etapa de generación de premezcla

5 En una realización, después de la etapa (c) en la fase de generación de suspensión acuosa, la suspensión acuosa se mezcla con un disolvente, preferiblemente agua, para generar una premezcla, etapa (d). Preferiblemente, la etapa (d) se lleva a cabo a baja intensidad de mezclado.

10 El mezclado de baja intensidad se logra de forma típica mediante el uso de un mezclador estático. Dicho mezclador estático de forma típica comprende un número de elementos fijos (es decir, no rotatorios), preferiblemente de forma helicoidal, alojados en una carcasa tubular. El diseño geométrico fijo de la unidad puede producir de forma simultánea o individual diseños de división de flujo y/o mezclado radial. “División de flujo” significa aquí que el medio que se mezcla, en flujo laminar, se divide en el borde anterior de cada elemento del mezclador y sigue los canales creados por la forma del elemento. En cada elemento posterior, los dos canales se vuelven a dividir, dando lugar a un aumento exponencial de la estratificación. El número de estrías producido es 2^n , donde ‘n’ es el número de elementos en el mezclador. “Mezclado radial” significa aquí que el medio que se mezcla, en flujo turbulento o laminar, se hace circular alrededor de su propio centro hidráulico en cada canal del mezclador. El medio se puede entremezclar para reducir o eliminar gradientes radiales de temperatura y velocidad. Se entenderá que se pueden utilizar otros procesos adecuados con los sistemas descritos en la técnica, tales como mediante mezclador de paletas, mezclador en V, mezclador de cinta, mezclador de doble cono, etc., siempre y cuando la intensidad del mezclado sea inferior a $1 \times 10^6 \text{ J/m}^3$.

25 Sin pretender imponer ninguna teoría se cree que al añadir agua en esta etapa se permite la hidratación requerida al tiempo que se evita la adhesión de partículas entre sí con la resultante formación de gel. De hecho, al preparar la suspensión acuosa las partículas se separan previamente lo suficiente para evitar una intensa coagulación de las partículas.

30 En una realización preferida, la premezcla se genera en un ajuste continuo y/o en línea, para minimizar el riesgo de que se produzca atrapamiento de aire.

Etapa de activación de premezcla

35 Especialmente cuando el modificador de la reología es de celulosa microfibrilada (MFC), se puede introducir una etapa de activación para expandir las fibras y generar la red reticulada deseada para aumentar la tensión de fluencia y la capacidad de formar estructura y suspender partículas en una composición final.

40 En una realización, después de la generación de premezcla, la etapa (d), cuando dicho modificador de la reología es MFC, la premezcla se puede activar con alta y/o baja intensidad de mezclado.

45 La alta intensidad de mezclado se puede aplicar para optimizar de forma adicional la expansión de la red reticulada mediante modificador de la reología y para maximizar la eficacia en términos de peso y de tensión de fluencia, así como para proporcionar una claridad y/o transparencia del producto óptima. Se podría considerar que la baja intensidad de mezclado minimiza el capital y maximiza la eficacia energética.

50 En una realización, la etapa de activación se efectúa a una densidad energética superior a $1,0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$, de forma alternativa superior a $2,0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$. En una realización, la activación se efectúa con una densidad energética de $2,0 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ a $5,0 \times 10^7 \text{ J/m}^3$, de forma alternativa de $5,0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ a $2,0 \times 10^7 \text{ J/m}^3$, de forma alternativa de $8,0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ a $1,0 \times 10^7 \text{ J/m}^3$. Se ha descubierto algo importante, a saber, que activando la MFC en las condiciones de procesamiento de alto cizallamiento intenso indicadas en la presente memoria, las formulaciones que tienen aún menos de 0,05 % en peso de dicha celulosa bacteriana son capaces de proporcionar las ventajas reológicas deseadas, tales como la tensión de fluencia y la suspensión de partículas.

55 Las técnicas de procesamiento capaces de proporcionar esta cantidad de densidad energética incluyen mezcladores de alta cizalla convencionales, mezcladores estáticos, mezcladores de hélice y en tanque, mezcladores con rotor/estátor, y homogeneizadores Gaulin, SONOLATOR® de Sonic Corp de CT. En una realización, la etapa de activación de la MFC se lleva a cabo con un homogeneizador de alta presión que comprende una cámara de mezclado y una pala vibrante, en donde se fuerza la alimentación en la cámara de mezclado a través de un orificio. La alimentación que se produce a presión se acelera conforme pasa a través del orificio y entra en contacto con la pala vibrante.

60 En una realización, la etapa de activación de dicha MFC a alta intensidad de mezclado comprende provocar cavitación hidrodinámica que se logra utilizando un SONOLATOR®. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que la mezcla dentro de la cámara de mezclado experimenta cavitación hidrodinámica dentro de la cámara de mezclado, lo que hace que la MFC forme una red de celulosa con suficiente grado de interconectividad para proporcionar una mejor capacidad de reducción de la viscosidad por cizallamiento a la composición final.

65

Se ha descubierto algo importante, a saber, que determinadas condiciones de procesamiento mejoran la capacidad por parte de la MFC de proporcionar las ventajas reológicas deseadas a la composición, incluida una mejor tensión de fluencia a niveles inferiores de la celulosa bacteriana. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que dicha ventaja se logra aumentando la interconectividad de la red de celulosa bacteriana formada dentro de la matriz líquida.

En una realización, se desea llevar a cabo la etapa (o fase) de activación utilizando tecnologías de mezclado convencionales, tales como un mezclador en línea continuo o discontinuo a densidades energéticas de hasta aproximadamente $1,0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$.

Otro método para mejorar la capacidad de formación de la red de celulosa por parte de la MFC es poner en contacto la suspensión acuosa y/o premezcla directamente en una corriente de alimentación de las sustancias activas líquidas en la cámara de mezclado de un homogeneizador ultrasónico o en el mezclador en línea. Una ventaja de dicha realización es la simplicidad de procesamiento y el ahorro en términos de coste/tiempo.

Etapa de mezclado final

En una realización, después de la etapa (e) en la fase de activación de premezcla, se mezcla la premezcla con el resto de los ingredientes para generar la composición final, etapa (f), lo que puede realizarse en un proceso discontinuo y/o continuo (o en línea). Preferiblemente, la etapa (f) se lleva a cabo en un proceso continuo o en línea.

Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que añadiendo la suspensión acuosa y/o premezcla al resto de los ingredientes en un proceso en línea, se puede reducir el tiempo de procesamiento y aumentar las cantidades al tiempo que se eliminan los riesgos de generación de aire, obstrucción de tuberías y dificultades de control del caudal de polvo, que de otra manera surgirían si el modificador de la reología, especialmente la MFC, se añadiera directamente en un proceso en línea.

Etapa de mezclado absoluto y etapa de activación absoluta opcionales

En una realización, el mezclado absoluto y la activación absoluta tienen lugar de forma prácticamente simultánea. En una realización preferida, el mezclado absoluto tiene lugar antes de la activación absoluta. El mezclado absoluto comprende mezclar la suspensión acuosa con el resto de ingredientes necesarios para generar la composición final deseada. La activación absoluta puede comprender mezclado de alta y/o de baja intensidad, preferiblemente mezclado de alta intensidad, de la mezcla generada en el mezclado absoluto. El mezclado de alta intensidad es preferible en la fase de activación absoluta, puesto que el modificador de la reología, preferiblemente la MFC, en este caso no se ha hinchado previamente, al contrario de lo que sucede cuando hay una etapa de generación de premezcla.

En una realización, después de la etapa (c) en la fase de generación de suspensión acuosa, se mezcla la suspensión acuosa con el resto de los ingredientes para generar la composición final y se activa de forma prácticamente simultánea o posterior, preferiblemente a una alta intensidad de mezclado. Esta etapa, la etapa (d'), se lleva a cabo preferiblemente en un proceso continuo. La ventaja de dicha realización es que se reduce el tiempo de producción, puesto que se omite la etapa de generación de premezcla.

Composición

Las composiciones generadas mediante el proceso según la presente invención son de forma típica composiciones para el lavado de ropa de acción suave o intensa, composiciones detergentes para el lavado de vajillas a mano, composiciones para la limpieza de superficies duras y/o composiciones de aseo personal. Dichas composiciones pueden ser de fase única y/o multifases y ser en forma líquida y/o de gel.

Componentes opcionales de la composición:

Las composiciones de la presente memoria pueden además comprender diversos ingredientes opcionales diferentes tales como, aunque no de forma limitativa, tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, semipolares y/o de ion híbrido; aditivos reforzantes de la detergencia, quelantes, polímeros acondicionadores, polímeros limpiadores, polímeros modificadores de superficie, polímeros floculantes de suciedad, emolientes, humectantes, sustancias activas rejuvenecedoras de la piel, enzimas, ácidos carboxílicos, partículas de depuración, blanqueador y activadores del blanqueador, perfumes, agentes de control de malos olores, pigmentos, tintes, opacificantes, perlas, partículas perlescentes, microcápsulas, cationes orgánicos e inorgánicos, tales como metales alcalinotérreos, tales como iones Ca/Mg, y diaminas, disolventes, hidrótrofos, supresores de las jabonaduras / estabilizantes / reforzadores, agentes antibacterianos, conservantes y medios para rebajar y regular el pH, agentes para rebajar la viscosidad, tales como el cloruro sódico.

Envasado

Las composiciones detergentes líquidas de la presente invención pueden ser envasadas en cualquier envasado adecuado para suministrar la composición detergente líquida para usar. El envase puede ser transparente y/o opaco. Dichos envases preferiblemente están hechos de vidrio o plástico. El envasado se puede utilizar en posición normal o bocabajo.

Método de ensayo de propiedades reológicas:

La viscosidad se determina mediante métodos convencionales, p. ej., utilizando un reómetro AR 1000 de TA instruments que utiliza un cilindro de centrado cónico o DIN de aluminio de tamaño convencional, también llamado “bob & cup” (cilindro y taza). Los ajustes del reómetro son: diámetro interno del estátor 15 mm, radio externo del rotor 14 mm, altura sumergida del cilindro 42 mm y distancia 5.920 μm, 3.652 μN.m.s-2. La baja viscosidad de cizallamiento a 0,1 s-1 se obtiene mediante un barrido logarítmico de la velocidad de cizallamiento a 20 °C. El procedimiento consiste en dos etapas que incluyen un acondicionado previo y un aumento de flujo. La etapa de acondicionado previo consiste en aplicar un cizallamiento previo a 10 s-1 y 20 °C durante 30 s. Inmediatamente después se procede al aumento de flujo y consiste en someter la muestra a cizalla a velocidades de cizallamiento crecientes en modo de flujo de estado estacionario de 0,1 a 1000 s-1, para 5 puntos por década sobre una escala logarítmica, permitiendo que las mediciones se establezcan durante un periodo de 5 s hasta 1 min con una tolerancia del 5 por ciento. La representación logarítmica de la viscosidad frente a la velocidad de cizallamiento del experimento de reducción de flujo se utiliza para determinar la viscosidad de cizallamiento baja a 0,1 s-1.

Método de ensayo del nivel de aireación/taza de densidad

Para caracterizar el nivel de aireación en una sustancia, la densidad aparente es el parámetro clave. La densidad aparente se mide mediante el método de la taza de densidad a 20 °C y a presión atmosférica.

Se utiliza una taza previamente calibrada, la taza de densidad utilizada es fabricada por Gardco (taza de modelo británico estándar de 100 cc) y se realizan mediciones a 20 °C. La densidad de la sustancia con el aire se mide en intervalos de 2 min hasta que se alcanza un valor constante, densidad que corresponde a la densidad de la sustancia sin aire.

Análisis de la muestra

1. Talar la taza limpia y seca.
2. Colocar una muestra de la sustancia en un baño de agua a 20 °C para que alcance la temperatura deseada de 20 °C.
3. Llenar completamente la taza con la muestra. Tratar de minimizar la formación de burbujas de aire o espuma.
4. Colocar el tape sobre la taza. Cubrir el orificio de salida con una toallita de papel para evitar que se produzcan salpicaduras de producto.
5. Limpiar el exterior de la unidad de taza, comprobando que está limpia y seca.
6. Pesar la taza de muestra y registrar el peso.

La densidad de la sustancia se determina dividiendo el peso registrado por el volumen de la taza de densidad calibrada.

La cantidad de aire en la sustancia se calcula utilizando la siguiente ecuación:

$$\%_{\text{aire}} = \frac{\rho_{\text{sustancia sin aire}} - \rho_{\text{sustancia con aire}}}{\rho_{\text{sustancia sin aire}}} * 100$$

Ejemplos

Ejemplo 1a: Preparación de la suspensión acuosa

Se utiliza un dispositivo de mezclado de mesa con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una suspensión acuosa del 25 % en peso de celulosa microfibrilada (EX-9560, fabricada por cPKelco) en 75 % en peso de Nonionic C91E8 líquido anhidro (Neodol 91-8 fabricado por Shell Chemicals UK Ltd.). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un vaso de precipitados de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. El polvo de MFC se añade en 2 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa medida a 0,1 s-1 y 20 °C es de 0,255 Pa.s (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

Ejemplo 1b: Preparación de la suspensión acuosa

Se utiliza un dispositivo de mezclado de mesa con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una suspensión acuosa del 25 % en peso de celulosa microfibrilada (EX-9560, fabricada por cPKelco) en 75 % en peso de 1,2-propilenglicol líquido anhidro (fabricado por Dow Chemical Co. Ltd). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un vaso de precipitados de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. El polvo de MFC se añade en 2 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa medida a 0,1 s-1 y 20 °C es de 0,245 Pa.s (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

Ejemplo 1c: Preparación de la suspensión acuosa

Se utiliza un mezclador en discontinuo con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una suspensión acuosa del 30 % en peso de goma xantano (FFCS, fabricada por Jungbunzlauer o Keltrol TF, fabricado por CP Kelco, con un tamaño de partículas del 92 % en peso a través de 75 micrómetros (malla Tyler 200 o equivalente)) en un 69,3 % en peso de Nonionic C91E8 líquido anhidro (Neodol 91-8 fabricado por Shell Chemicals UK Ltd.) y un 0,70 % en peso de ácido cítrico (50 % de sustancia activa en agua). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un lote de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. El ácido cítrico se añade al polímero no iónico y se mezcla durante 1 minuto a 100 rpm. El polvo de goma xantano se añade a continuación en 2 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa medida a 0,1 s-1 y 20 °C es de 0,948 Pa.s (para Jungbunzlauer FFCS) y 0,443 Pa.s (para CP Kelco Keltrol TF) (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

Ejemplo 1d: Preparación de la suspensión acuosa

Se utiliza un mezclador en discontinuo con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una suspensión acuosa del 30 % en peso de goma xantano (FFCS, fabricada por Jungbunzlauer, con un tamaño de partículas del 92 % en peso a través de 75 micrómetros (malla Tyler 200 o equivalente)) en un 69,3 % en peso de Dipropilenglicol-n-butiléter (Dowanol DPnB fabricado por DOW Chemicals) y 0,70 % en peso de ácido cítrico (50 % de sustancia activa en agua). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un lote de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. El ácido cítrico se añade al Dipropilenglicol-n-butiléter y se mezcla durante 1 minuto a 100 rpm. El polvo de goma xantano se añade a continuación en 2 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa medida a 0,1 s-1 y 20 °C es de 1,887 Pa.s (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

Ejemplo 1e: Preparación de la suspensión acuosa

Se utiliza un mezclador en discontinuo con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una suspensión acuosa del 30 % en peso de goma xantano (FFCS, fabricada por Jungbunzlauer, con un tamaño de partículas del 92 % en peso a través de 75 micrómetros (malla Tyler 200o equivalente)) en un 69,3 % en peso de Dietilenglicol líquido anhidro (DEG, fabricado por Sabic Petrochemicals) y 0,70 % en peso de ácido cítrico (50 % de sustancia activa en agua). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un lote de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. El ácido cítrico se añade al Dietilenglicol y se mezcla durante 1 minuto a 100 rpm. El polvo de goma xantano se añade a continuación en 2 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa medida a 0,1 s-1 y 20 °C es de 1,795 Pa.s (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

Ejemplo 2: Activación de suspensión acuosa en un proceso continuo

La suspensión acuosa del Ejemplo 1a se inyecta en el jabón de base para lavado de vajilla a mano (es decir, todos los ingredientes restantes que forman la composición final, como se muestra en la Tabla I). El jabón base y la suspensión acuosa se activan a gran intensidad de mezclado con un SONOLATOR® de Sonic Corp de CT a un valor de densidad energética de $7,155 \times 10^6$ J/m³ a 34,5 MPa (5000 psi).

Tabla I – Ejemplo de jabón de base

Material	% en peso
Pigmosol Blue 6900	0,008
NaOH (50 %)	0,6
NaCl, (100 %)	2,0
MgCl ₂	0,1
Lial 123A sulfato	16,0

Sulfato etoxilado E3 C12-C13	16,0
Sulfato Shell A	16,0
Óxido de amina C12-12	10,0
Polipropilenglicol 2000, (100 %)	0,2
Acticide M20 (MIT)	0,016
Fenoxietanol	0,4
Perfume	0,6
Componentes minoritarios	Resto hasta 100 % con agua

Ejemplo 3: hidratación de la goma xantano en un proceso continuo

5 La suspensión acuosa del Ejemplo 1c se inyecta en una corriente de agua continua a un nivel del 1,5 %. En una primera etapa se dispersa la suspensión acuosa a baja energía, lo cual se lleva a cabo de forma más eficaz utilizando cuatro elementos mezcladores estáticos o dependiendo completamente del régimen de flujo turbulento en una tubería. En una segunda etapa, se hidrata el polvo de goma xantano de la suspensión acuosa con el agua. El tiempo de disolución depende de a) la dispersión eficaz como se describe en la primera etapa, b) el tamaño de partículas del polvo de goma xantano utilizado, c) el contenido en electrolito del agua, d) la velocidad del flujo continuo en una tubería. Se determina que el tiempo de hidratación de la goma xantano de 75 micrómetros (malla 200) en una corriente de agua a temperatura ambiente que tiene una velocidad de 1 m/s es: a) inferior a 15 segundos utilizando agua osmotizada y, b) inferior a 60 segundos utilizando agua osmotizada a la que se ha añadido un 0,08 % en peso de NaOH (50 % de sustancia activa en agua) para obtener un pH>11,5 por razones de microconservación. Directamente después de obtener la hidratación completa de la goma xantano, se pueden añadir otros electrolitos e ingredientes de la formulación final en el proceso continuo. De forma alternativa, la premezcla se puede almacenar para el consumo posterior o procesar de forma adicional en un lote.

Ejemplo 4: Preparación de la suspensión acuosa

20 Se añade solución de citrato trisódico dihidratado a la suspensión acuosa del Ejemplo 1a para ampliar la estabilidad física de la suspensión acuosa y para ayudar a ralentizar la precipitación/apelmazado de los sólidos de MFC. Se añade un 5,6 % de solución de citrato sódico (solución de citrato trisódico dihidratado al 36 % fabricado por Industrial Chemicals Ltd UK) a la suspensión acuosa del Ejemplo 1a utilizando un dispositivo mezclador de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de 4 palas. La solución de citrato sódico se añade en 1 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea. La viscosidad de la suspensión acuosa a 0,1 s-1 y 20 °C es de 2,244 Pa.s (utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria).

30 La Tabla II indica el impacto del citrato trisódico dihidratado en la estabilidad de fase de la suspensión acuosa de MFC. Las muestras generadas en los ejemplos 1a y 4 se mantuvieron estáticamente a temperatura ambiente y a presión atmosférica durante 6 horas y se inspeccionaron visualmente para determinar la altura en la separación de fases.

Tabla II – observación visual de velocidad de sedimentación reducida.

	Solución de citrato trisódico dihidratado al 0 % (Ejemplo 1a)	Solución de citrato trisódico dihidratado al 5,6 % (Ejemplo 4)
Velocidad de sedimentación reducida SÍ/NO	NO	SÍ

Ejemplo 5: Preparación de la premezcla

40 Se utiliza un dispositivo de mezclado de mesa con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar una premezcla de MFC al 1,5 % utilizando la suspensión acuosa del Ejemplo 1a en agua. Se añade un 6 % de suspensión acuosa de MFC del Ejemplo 1a en un 94 % en peso de agua (agua desmineralizada de Millipore corporation). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un lote de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. La suspensión acuosa de MFC del Ejemplo 1a se añade en 1 min y se mezcla durante 5 min a 600 rpm para obtener una mezcla homogénea.

Ejemplo 6: Preparación de la premezcla

Activación mediante el sonolator:

50 La premezcla del Ejemplo 5 se activa a gran intensidad de mezclado con un SONOLATOR® de Sonic Corp de CT a un valor de densidad energética de $7,155 \times 10^6$ J/m³ a 34,5 MPa (5000 psi).

Activación mediante el ultrasonificador:

- 5 La premezcla del Ejemplo 5 se activa con un dispositivo ultrasónico de Hielscher UIP1500hd; la energía proporcionada es de 1500 W, pero puede estar comprendida de 500-16.000 W, según la escala de ensayo. La ultrasonificación se lleva a cabo en un proceso discontinuo, pero el mismo proceso se puede efectuar en un proceso continuo (o en línea) mediante una celda de flujo.

Ejemplo 7: Determinación del punto de saturación

- 10 Se utiliza un dispositivo de mezclado de mesa con un impulsor Turbina de palas inclinadas (PBT) para preparar tres suspensiones acuosas del 25 %, 35 % y 45 % en peso de celulosa microfibrilada (EX-9560, fabricada por cPKelco) en 75 %, 65 % y 55 %, respectivamente, en peso de Nonionic C91E8 líquido anhidro (Neodol 91-8 fabricado por Shell Chemicals UK Ltd.). Las pruebas se llevan a cabo utilizando un lote de 500 g y un dispositivo de mezclado de mesa IKA Werke (Model Euro-ST P CV, Eurostar power control – visc, fabricado por IKA) utilizando un impulsor PBT de cuatro palas. La viscosidad se mide utilizando el método de ensayo descrito en la presente memoria. La saturación se extrapola utilizando la línea tangente a cada lado de la curva, siendo el punto de corte el punto de saturación extrapolado. La saturación se logra al 33 % en peso de celulosa microfibrilada, utilizando el método arriba indicado.
- 15
- 20 Las dimensiones y valores descritos en la presente memoria no deben entenderse como estrictamente limitados a los valores numéricos exactos indicados, sino que, salvo que se indique lo contrario, debe considerarse que cada dimensión significa tanto el valor indicado como un intervalo funcionalmente equivalente en torno a ese valor. Por ejemplo, una dimensión descrita como “40 mm” se refiere a “aproximadamente 40 mm”.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para la producción de una composición que contiene un modificador de la reología que comprende las etapas de:
- 10 (a) proporcionar un modificador de la reología, en donde dicho modificador de la reología se selecciona del grupo que consiste en un polímero hinchable en agua, un polímero cristalino no soluble en agua, y mezclas de los mismos;
- (b) proporcionar un vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro; y
- (c) dispersar dicho modificador de la reología en dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro para generar una suspensión acuosa que tiene una viscosidad inferior a 2000 mPas a 0,1 s⁻¹ y 20 °C cuando se mide utilizando un reómetro AR 1000.
- 15 2. Un proceso según la reivindicación 1 en donde dicha suspensión acuosa tiene una viscosidad inferior a 1000 mPas, preferiblemente inferior a 500 mPas, más preferiblemente inferior a 250 mPas, medida a 0,1 s⁻¹ y 20 °C.
- 20 3. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho polímero hinchable en agua se selecciona del grupo que consiste en poliacrilatos, polimetacrilatos, poli(acrilamidas), polimetacrilamidas, poliuretanos y copolímeros de los mismos, polisacáridos, éteres de celulosa, gomas, y mezclas de los mismos.
- 25 4. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho polímero hinchable en agua se selecciona del grupo que consiste en éteres de celulosa, gomas, y mezclas de los mismos, siendo dichas gomas preferiblemente seleccionadas del grupo que consiste en goma guar, goma xantano, goma gellan y mezclas de las mismas.
- 30 5. Un proceso según las reivindicaciones 1 o 2 en donde dicho polímero cristalino no soluble en agua es celulosa microfibrilada (MFC).
- 35 6. Un proceso según la reivindicación 5, donde dicha celulosa microfibrilada (MFC) se combina con una carboximetilcelulosa, una carboximetilcelulosa modificada, un polisacárido cuaternizado, y mezclas de los mismos; y de forma opcional, un espesante polimérico seleccionado de productos de xantano, pectina, alginatos, goma gellan, goma welan, goma diutan, goma rhamosan, carragenato, goma guar, agar, goma arábica, goma ghatti, goma karaya, goma tragacanto, goma de tamarindo, goma de algarrobo, y mezclas de los mismos.
- 40 7. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro se selecciona del grupo que consiste en tensioactivos, humectantes, polímeros, aceites, y mezclas de los mismos.
- 45 8. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro comprende un tensioactivo, preferiblemente consiste en un tensioactivo, más preferiblemente dicho tensioactivo consiste esencialmente en un tensioactivo no iónico.
- 50 9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicho líquido miscible en agua prácticamente anhidro consiste esencialmente en un tensioactivo no iónico seleccionado de alcoxilatos de alcohol, preferiblemente etoxilados de alcohol con un balance hidrófilo-lipófilo superior a 10, preferiblemente superior a 12.
- 55 10. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dicha suspensión acuosa comprende no más del 3 %, preferiblemente no más del 1 %, más preferiblemente no más del 0,5 %, con máxima preferencia no más del 0,1 %, de aire.
- 60 11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la etapa (c) comprende la etapa de proporcionar una sal polivalente, preferiblemente un policarboxilato, más preferiblemente una sal trivalente, con máxima preferencia citrato trivalente, y mezclar dicha sal con dicho modificador de la reología y dicho vehículo líquido miscible en agua prácticamente anhidro.
- 65 12. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde después de la etapa (c), la suspensión acuosa se mezcla con el resto de ingredientes para generar una composición final, preferiblemente en un proceso en línea.
13. Un proceso según la reivindicación 12 en donde dicho modificador de la reología consiste en celulosa microfibrilada (MFC), y en donde dicha celulosa microfibrilada (MFC) se activa prácticamente de forma simultánea al mezclado con el resto de ingredientes, o después, para generar una composición final.

14. Un proceso según las reivindicaciones 1 a 11 en donde después de la etapa (c), la suspensión acuosa se mezcla con un disolvente, preferiblemente agua, para generar una premezcla, la etapa (d), preferiblemente en un proceso en línea.
- 5
15. Un proceso según la reivindicación 14 en donde dicho modificador de la reología consiste en celulosa microfibrilada (MFC) y en donde dicha celulosa microfibrilada (MFC) se activa prácticamente de forma simultánea al mezclado con dicho disolvente, o después, de forma opcional dicha premezcla que contiene celulosa microfibrilada (MFC) activada es mezclada con el resto de ingredientes para generar una composición final, preferiblemente en un proceso en línea.
- 10

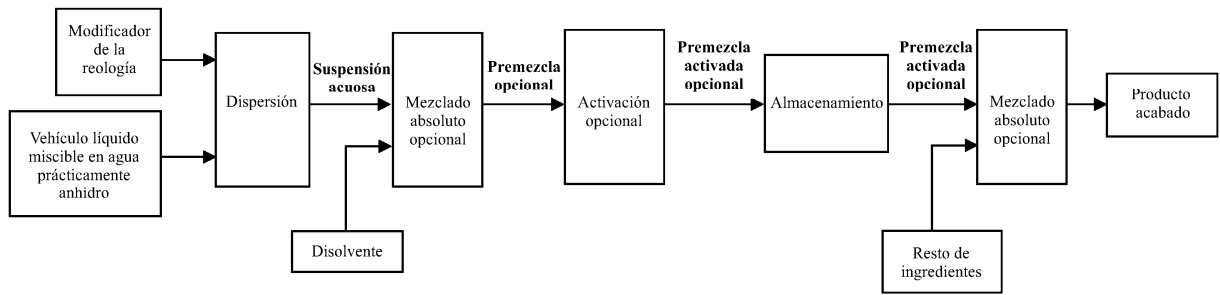


Fig. 1

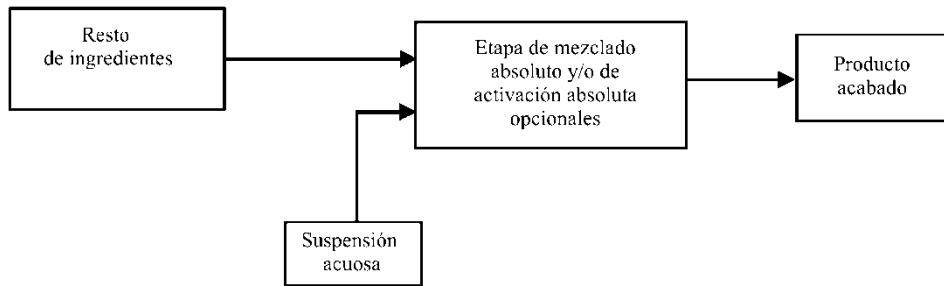


Fig. 2