

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 654 531**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)
C11D 3/50 (2006.01)
C08F 8/00 (2006.01)
C08F 8/30 (2006.01)
C08F 8/34 (2006.01)
C08F 8/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.01.2009** **PCT/EP2009/050481**
87 Fecha y número de publicación internacional: **27.08.2009** **WO09103576**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.01.2009** **E 09713165 (0)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.10.2017** **EP 2245132**

54 Título: **Agente de mejora encapsulado**

30 Prioridad:

21.02.2008 GB 0803165

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.02.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

JONES, CHRISTOPHER, CLARKSON;
JONES, CRAIG, WARREN;
PAN, XIAOYUN;
WANG, JINFANG y
YUAN, CAIGEN

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 654 531 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

Agente de mejora encapsulado

Campo de la invención

La presente invención se refiere a partículas que comprende un agente de mejora, en particular uno o más componentes de perfume y sus usos tanto, en la formulación de composiciones de detergente para lavado de ropa como en la administración del agente de mejora a tejidos durante el lavado de ropa/lavado. Las composiciones que contienen partículas de acuerdo con la invención proporcionan ventajas de eficacia de deposición sin determinadas cuestiones negativas asociadas a las composiciones conocidas. La invención se describe con referencia particular a perfumes y su incorporación en las formulaciones de lavado de ropa, tales como composiciones de detergente para lavado de ropa destinadas al lavado de tejidos.

Antecedentes y técnica anterior

Los perfumes son componentes importantes y costosos de las composiciones de detergente para lavado de ropa. Es importante garantizar que los perfumes no se pierden durante el procesado o el almacenamiento de las composiciones y que se depositan sobre los artículos que se someten a lavado. Siendo volátiles, los perfumes tienen tendencia a evaporarse de la composición, especialmente si la composición se somete a temperaturas elevadas. Los procedimientos de deposición de los componentes de perfume y otros agentes de mejora a partir de las composiciones para lavado de ropa son diversos y, con frecuencia, se incorpora el perfume en un vehículo u otro sistema de administración. Los sistemas de vehículo para perfumes están basados típicamente en el encapsulado o la inmovilización del perfume en una matriz. El perfume se puede emulsionar simplemente pero la deposición sobre un sustrato, tal como un tejido, con frecuencia resulta insuficiente y pueden surgir problemas de retención o estabilidad pobres. La preparación de los materiales por medio de difusión del perfume en un vehículo puede presentar el problema de una preparación compleja, tiempos de difusión prolongados, retención pobre del perfume en la matriz y posterior deposición pobre sobre el sustrato.

Los tensioactivos son característicamente muy eficaces al combinarse con materiales oleosos tales como perfumes y la retirada de los mismos. Por tanto, la deposición sobre una superficie y la duración de la adherencia del perfume en un entorno que contiene tensioactivo, es inherentemente pobre. Esto tiene como resultado el lavado de cualquier perfume depositado durante el lavado principal, o en el lixiviado del perfume de su vehículo en el líquido de lavado y su indisponibilidad para la deposición sobre el tejido. Se han propuesto encapsulados de perfume como medio para solucionar estos problemas e incluyen los descritos en los documentos:

US 2003-215417; US 2003-216488; US 2003-158344;
US 2003-165692; US 2004-071742; US 2004-071746;
US 2004-072719; US 2004-072720; EP 1393706; US 2003-203829;
US 2003-195133; US 2004-087477; US 2004-0106536; US 6645479;
US 6200949; US 4882220; US 4917920; US 4514461 y
US 4234627.

La solicitud de los inventores en tramitación con la presente GB 0710369.0 está relacionada con un procedimiento para la fabricación de partículas de núcleo/cubierta con partículas que además comprenden un coadyuvante de deposición no iónico. Mediante la modificación de los materiales presentes durante el procedimiento de polimerización es posible garantizar que el coadyuvante de deposición no iónico está predominantemente ligado a la superficie externa de las partículas. Típicamente, la cubierta comprende una capa interna de melamina/urea-formaldehído formada por medio de polimerización de melamina/urea (o mezclas de los mismos) y monómeros de formaldehído, y una capa externa formada a partir de monómeros etilénicamente insaturados, en particular acetato de vinilo y acrilato de metilo.

Se conoce la preparación de envases solubles en agua en las industrias de detergentes y agroquímica y estos generalmente comprende bien envoltorios de sellado-llenado con forma vertical (VFFS) o bien envoltorios termo-conformados. En uno de los procedimientos VFFS, se sella un rollo de película soluble en agua a lo largo de sus bordes para formar un tubo, calentándose el tubo de forma intermitente a lo largo de su longitud para formar envoltorios individuales que se rellenan con el producto y se someten a termo-sellado. El procedimiento de termo-conformación generalmente implica el moldeo de una primera lámina de película soluble en agua para formar uno o más rebajes adaptados para retener una composición, tal como por ejemplo una composición agroquímica sólida, colocando la composición en al menos un rebaje, colocando una segunda lámina de material soluble en agua sobre la primera para cubrir el rebaje o cada uno de los rebajes, y sellar térmicamente la primera y segunda láminas juntas al menos alrededor de los rebajes para formar uno o más envases solubles en agua. Se conocen muchos tipos de envases solubles en agua, incluyendo envases formados por una película de poli(alcohol vinílico) (en lo sucesivo denominados "PVOH").

El documento EP-A-518689 desvela un sistema de formación de recipientes para materiales peligrosos (por ejemplo pesticidas) que comprende una película de PVOH que encierra una composición que comprende el material peligroso, agua, un electrolito y otros materiales opcionales. El electrolito se añade para reducir la solubilidad de la

película con el fin de evitar su solución por parte de la composición envasada. El documento EP-B-389513 desvela jarabes acuosos concentrados (se mencionan principalmente productos alimentarios en vez de otros materiales tales como detergentes) en el interior de envases de PVOH, siendo la concentración del jarabe eficaz para evitar la solución del envase por parte de la composición envasada. El documento EP-A-700989 desvela un detergente envasado unitario para el lavado de platos, comprendiendo el envase una composición de detergente envuelta en una película de PVOH, en la que la película proteger el detergente frente a la solución hasta que ciclo de lavado principal del lavavajillas.

También se conocen las películas con PVOH modificado. El documento WO-A1-97/19961 desvela polímeros de solubilidad rápida, preparados a partir de PVOH co-polimerizado con restos de carboxilato, y que tienen cierto grado de lactonización. Estos materiales se disuelven rápido en la solución de detergente. El documento EP0284334 se refiere a películas que comprenden una mezcla de PVOH y alquil celulosas con una sal de metal, tal como borato, para producir una bolsa de activación. La alquil celulosa está presente para responder a la temperatura de forma que a bajas temperaturas de aclarado sea más soluble que a las temperaturas elevadas asociadas con el ciclo de lavado. La reticulación de borato proporciona sensibilidad de pH. El presente documento desvela que los tensioactivos aniónicos tienen muy escaso efecto sobre o incluso aumentan la velocidad de solución de la película.

La solicitud de patente anterior de los inventores PCT/EP2003/010354 desvela películas de PVOH modificadas con un espesor medio preferido de 50 a 500 micrómetros, usadas para preparar cápsulas. Preferentemente, las cápsulas contienen de 0,5 ml a 100 ml de un material tal como un acondicionador para lavado de ropa.

El documento WO 00/46337: desvela gomas de alginato aniónicas reticuladas que se usan como encapsulantes. Éstas están estabilizadas por iones de calcio divalentes (conocidos para reticular de forma adicional el alginato). El alginato está formado por ácidos gularónico y manurónico.

El documento WO 03/068852: desvela polímeros cuya solubilidad en agua está accionada mediante cambios en la concentración de tensioactivo. Un uso sugerido es el encapsulado de la fragancia en líquidos para lavado de ropa en los cuales el polímero se estabiliza por medio del tensioactivo presente. Los polímeros se forman preferentemente a partir de monómeros acrílicos o vinílicos y comprenden un sustituyente de amina protonado.

El documento EP 0266796: desvela polímeros de poli(alcohol vinílico) que son estables en detergente concentrados para lavado de ropa y que pueden contener perfume u otros agentes de mejora como material de núcleo.

El documento WO 2006/132729: desvela copolímeros de PVOH solubles en agua y materiales sulfonados especificados útiles para el envasado de productos detergentes y el encapsulado de componentes detergentes tales como enzimas. En el caso de las enzimas, se pueden pulverizar las disoluciones de los polímeros o se pueden convertir en bruma sobre las partículas de enzima para proporcionar un revestimiento polimérico que encapsula las partículas. Se sabe que la solubilidad de las partículas se ve afectada por el intervalo de hidrólisis (PVOH completamente hidrolizado es mucho menos soluble) y la presente de agentes de reticulación tales como boratos que se usan para estabilizar las enzimas o perboratos que se usan como blanqueadores para lavado de ropa, Este documento de la técnica anterior trata con el problema técnico de como envasar detergente/encapsular materiales que pueden contener estos compuestos de boro de forma que se liberen cuando se sumergen en el agua que llena la máquina de lavado.

El documento US 2002/0103095: desvela PVOH modificado con grupos de derivatización modificados por medio de reacción con entidades hidrófilas tales como ácidos, aminas o tioles objeto de sustitución (por ejemplo, someter el PVOH a carboxilación).

Breve descripción de la invención

Los inventores ahora han determinado que PVOH modificado puede usarse de forma útil para revestir muchas partículas pequeñas que comprenden un agente de mejora.

Por consiguiente, la presente invención proporciona una composición líquida de tratamiento de tejidos que comprende bien un tensioactivo detergente aniónico o bien un tensioactivo catiónico que es un agente acondicionador activo y una partícula que tiene un diámetro menor de 2 mm que comprende un agente de mejora y un material formador de película polimérica soluble en agua, que es PVOH, modificado con un primer grupo(s) cargado(s), en el que la película permanece sustancialmente intacta en presencia de un tensioactivo, y se desintegra cuando la concentración del tensioactivo se reduce de forma suficiente, liberando de este modo el agente de mejora.

Preferentemente, las partículas tienen un diámetro menor de 1 mm, más preferentemente menor de 100 micrómetros, más preferentemente menor de 50 micrómetros. Las partículas de tamaño pequeño son menos visibles. El tamaño mínimo de partícula puede ser tan pequeño de 100 nm, no obstante a tamaños de partículas bajos la relación de carga útil/cubierta se vuelve menos ventajosa.

Sin pretender quedar ligado a teoría alguna, se piensa que las partículas comprenden un núcleo central del agente de mejora que está rodeado por una cubierta del polímero. Se piensa que la presente del grupo cargado facilita la formación de complejos con los tensioactivos de carga opuesta. En presencia del tensioactivo la cubierta forma un complejo con el tensioactivo. Mediante la protección del agente de mejora con una película hidrófoba, en este caso, es posible evitar o retardar las pérdidas y/o la degradación del agente de mejora en circunstancias, tales como el

almacenamiento, cuando la concentración de tensioactivo es elevada. Tras la solución a una baja concentración de tensioactivo ambiental, el complejo se rompe y se libera el agente de mejora.

En una realización particularmente preferida de la invención, el polímero se ve modificado con un segundo, grupo de derivatización, hidrófobo que procede de un material parental que tiene un ClogP mayor de 0,5. El material formador de película soluble en agua es poli(alcohol vinílico) (PVOH). Preferentemente, el segundo grupo de derivatización comprende una cadena de hidrocarbilo C4 a C22. Preferentemente, el material parental a partir del cual se obtiene el primer grupo de derivatización es un acetal o aldehído. Los polímeros comprenden de por sí un aspecto adicional de la presente invención. En la presente memoria se describe un procedimiento para el tratamiento de tejidos que comprende las etapas de añadir a una máquina de lavado la partícula de la presente invención y poner en contacto la partícula con un tejido en el tambor de la máquina de lavado. En el presente procedimiento, es preferible que la tendencia de la película a la ruptura se reduzca en presencia de una sustancia activa de tensioactivo de tejido tanto si es una sustancia activa de lavado tal como un tensioactivo aniónico, como si es una sustancia activa de acondicionamiento/suavizante tal como un tensioactivo catiónico.

La concentración real de detergente que inhibe la ruptura de la película depende del uso al cual se sometan las partículas. Si se pretende que las partículas protejan el agente de mejora durante el almacenamiento del detergente y se desea que el agente de mejora se libere en la parte preliminar del lavado, entonces se debe seleccionar la concentración de ruptura de forma que las partículas sean estables en la composición de detergente pura (en la que la concentración de tensioactivo esté típicamente por encima de 100 g/l) pero se rompan en las condiciones diluidas en el lavado, en las que la concentración de tensioactivo esté típicamente por debajo de 1 g/l. Si la intención es que las partículas sobrevivan al lavado y liberen el agente de mejora en el aclarado (en el que la concentración de tensioactivo está típicamente por debajo de 0,2 g/l), entonces la concentración de ruptura debería escogerse de forma que las partículas sean estables en el lavado, pero se vuelvan inestables en el aclarado.

Descripción detallada de la invención

Con el fin de comprender la invención de forma adicional, se describe a continuación con referencia particular a las características preferidas de los elementos específicos de la invención.

Polímero:

El polímero formador de película usado en la invención es un poli(alcohol vinílico). En la presente memoria se describe un material polimérico formador de película cuya solución/dispersión en un líquido depende de la concentración de cualquier tensioactivo presente en el líquido, de forma que cuanto menor sea la concentración de tensioactivo en el líquido, más rápido se rompe la película.

Sin pretender quedar ligado a teoría alguna, se piensa que el derivado cargado en el polímero de poli(alcohol vinílico) interacciona con los tensioactivos para formar una red gelificada durante el transcurso del ciclo de lavado y da lugar a un polímero sustancialmente insoluble, pero que se rompe a concentraciones bajas de tensioactivo de forma que el polímero se vuelve sustancialmente más soluble o dispersable. En el contexto de la presente invención, "polímero soluble en agua" se define como un material que tiene una solubilidad en agua a 20 °C de más de 0,1 g/litro, preferentemente más de 0,3 g/litro, lo más preferentemente más de 0,5 g/litro.

Preferentemente, el polímero de poli(alcohol vinílico) es estable a 20 °C en agua que contiene una concentración de un tensioactivo aniónico/no iónico o catiónico mayor de 1 g/l. Debería apreciarse que un polímero que se vuelve insoluble por la presencia de un tensioactivo aniónico (en combinación con no iónico o sin tensioactivo) generalmente no se vuelve insoluble por medio de un tensioactivo catiónico.

Los polímeros preferidos a partir de los cuales se forma la cadena principal de la película polimérica derivatizada de la invención incluyen resinas solubles en agua tales como PVOH. En general, los polímeros formadores de película, basados en PVOH solubles en agua deberían tener un peso molecular medio relativamente bajo y elevados grados de hidrólisis. Los polímeros basados en poli(alcohol vinílico) preferidos para su uso en la presente memoria tienen un peso molecular medio de 1.000 a 300.000, preferentemente de 2.000 a 100.000, lo más preferentemente de 2.000 a 75.000. La hidrólisis, o alcoholisis, se define como el porcentaje de terminación de la reacción en la que los grupos carboxi (en particular acetato) de la resina están sustituidos por grupos hidroxilo. Se prefiere un intervalo de hidrólisis de 60-99 % de resina formador de película basada en PVOH, mientras que el grado más preferido de hidrólisis es de 88-99 %. Tal y como se usa en la presente solicitud, el término "PVOH" incluye compuestos de poli(acetato de vinilo) con grados de hidrólisis desvelados en la presente memoria. Los polímeros de PVOH preferidos preferentemente tienen una viscosidad, como solución de 7 %, dentro del intervalo de 100 a 5000 mPa·s a temperatura ambiente medida a una velocidad de deformación en cizalla de 20 s⁻¹.

Todos los polímeros anteriores incluyen las clases de polímeros anteriormente mencionadas ya sea como polímeros individuales o como copolímeros formados por unidades monoméricas o como copolímeros formados por unidades monoméricas procedentes de la clase especificada o como copolímeros en los cuales esas unidades monoméricas se copolimerizan con una o más unidades comonoméricas.

Primer grupo de derivatización cargado:

Preferentemente, el primer material de derivatización cargado está presente en el polímero en una cantidad de al menos un 0,1 % en peso hasta un valor tan alto como resulte posible en peso, basado en el peso total del polímero. Se piensa que cuanto más elevados sean los niveles de este grupo de derivatización que están presentes en el

5

En una realización de la invención, los grupos formadores de cationes, tales como aminas, se pueden incluir como primer grupo de derivatización. Se piensa que esto hacer que el polímero sea más soluble en respuesta, por ejemplo, el cambio de pH y/o la fuerza iónica del líquido de lavado con respecto al líquido de aclarado. En otra realización de la invención, pueden estar presentes grupos formadores de aniones tales como sulfonatos. Se piensa que éstos hacen que las cápsulas sean más estables para su uso en la composición de suavizante/acondicionador que comprende el tensioactivo catiónico.

10

La longitud de cadena de hidrocarbilo de la función original del material parental a partir del cual se obtiene el primer grupo de derivatización cargado es preferentemente de 4 a 22, más preferentemente de 5 a 20. En este contexto, el número de carbonos en el grupo hidrocarbilo incluye cualquier carbono dentro de la cadena ligado a cualquier otro grupo funcional dentro del material de derivatización. Por ejemplo, butiraldehído, que es un grupo parental apropiado como grupo de derivatización, tiene una longitud de cadena de hidrocarbilo de 4. Los grupos de derivatización procedente de acetales y aldehídos. Los detalles de los grupos de derivatización apropiados se proporcionan a continuación, incluyendo los ejemplos 4-aminobutiraldehído dimetil acetal como grupo de derivatización catiónico y ácido 2-bencenaldehído sulfónico como grupo de derivatización aniónico.

15

20

El primer material de derivatización cargado está preferentemente presente en el polímero de forma que el grado de modificación (tal y como se determina por medio del espectro ^1H) es de 0,1 a 40 %, más preferentemente de 2 a 30 %, lo más preferentemente de 5 a 25 %, por ejemplo de 8 a 15 %. El primer material de derivatización está preferentemente presente en una cantidad tal que la relación en número de grupos de derivatización con respecto a los pares de hidroxilo libres de la cadena principal es de 1:1 a 1:30, más preferentemente de 1:2 a 1:20, lo más preferentemente de 1:7 a 1:15, por ejemplo de 1:8 a 1:13. Por debajo de una relación de 1:30, las propiedades del PVOH modificado son similares a las del PVOH original. Por encima de 1:3 la síntesis puede resultar nada práctica ya que, generalmente, los reactivos de derivatización que no han reaccionado están presentes en la mezcla de productos de reacción.

25

30

Segundo grupo de derivatización hidrófobo:

Preferentemente, el segundo grupo de derivatización hidrófobo ligado a la cadena principal del polímero se escoge entre un material parental que tiene ClogP de 0,5 a 6, más preferentemente de 1 a 6, lo más preferentemente de 2 a 6, por ejemplo de 3 a 6.

35

En el contexto de la presente invención, ClogP se calcula usando el procedimiento que se proporciona en: Ghose, Viswanadhan and Wendoloski, Prediction of Hydrophobic (Lipophilic) Properties of Small Organic Molecules Using Fragment Methods: An Analysis of AlogP and CLogP Methods. J. Phys. Chem. A, 1998, 102, 3762-3772. El presente procedimiento se pone en práctica con el soporte lógico: "Pipeline Pilot", disponible en SciTegic, una filial de propiedad completa de Accelrys, Inc.

40

Los segundos grupos de derivatización hidrófobos preferidos incluyen los basados en los grupos parentales seleccionados entre acetales, cetales, ésteres, compuestos orgánicos fluorados, éteres, alcanos, alquenos, compuestos aromáticos. Los grupos parentales especialmente preferidos son aldehídos tales como:

butiraldehído,
octil aldehído,
dodecil aldehído,
2-etil hexanal,
ciclohexano carboxi-aldehído,
citrál,
propionaldehído,
(2-metoxietoxi) acetaldehído dimetilacetal,
benzalaldehído,

45

50

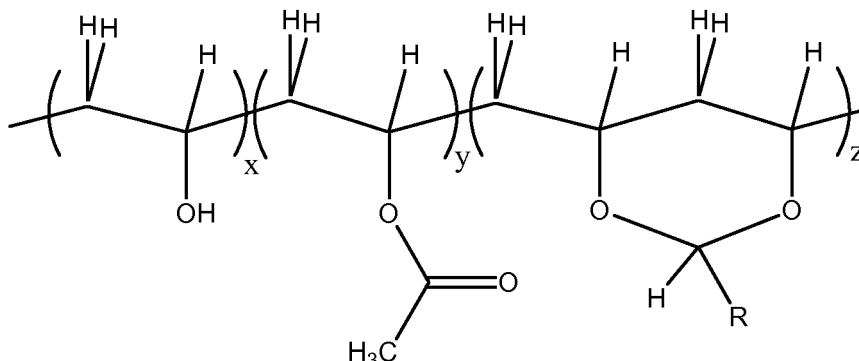
aunque resultará evidente para la persona experta en la técnica que también se pueden usar otros grupos parentales apropiados que tengan un ClogP de requisito en la invención.

De acuerdo con un aspecto preferido de la invención, la longitud de cadena de hidrocarbilo del grupo de derivatización ligado a la cadena principal polimérica es de 4 a 20, incluso más preferentemente de 4 a 15, lo más preferentemente de 4 a 10, por ejemplo de 4 a 8. Las longitudes de cadena de hidrocarbilo mayores de 22 no resultan deseables ya que material parental a partir del cual se obtiene el grupo de derivatización reacciona de forma

55

pobre o no reacciona en absoluto con la cadena principal polimérica. Los grupos hidrocarbilo más cortos de 4 proporcionan una naturaleza hidrófoba adicional despreciable.

Un polímero particularmente preferido para su uso en la presente invención viene representado por la fórmula:



en la que la relación media en número de z con respecto a x está dentro del intervalo de 1:200 a 1:6, más preferentemente entre 1:100 a 1:8, lo más preferentemente de 1:50 a 1:12, por ejemplo de 1:30 a 1:14, y es el acetato residual que permanece a partir de la hidrólisis del compuesto parental, que está preferentemente dentro del intervalo de 1-20 %, más preferentemente 1-10 %, lo más preferentemente 1-5 %, y R es un grupo de derivatización cargado o hidrófobo, preferentemente procedente de un grupo alquilo o alquenilo que tiene de 3 a 22 átomos de carbono.

Cuando R proporciona un grupo cargado, preferentemente procede bien de ácido 2-bencenaldehído sulfónico (para una carga negativa) o 4-aminobutiraldehído dimetil acetal (para una carga positiva). Las especies de derivatización adicionales se comentan a continuación.

Cuando R proporciona el grupo hidrófobo, preferentemente procede de uno o más de:

butiraldehído,
octil aldehído,
dodecil aldehído,
2-etil hexanal,
ciclohexano carboxi-aldehído,
citral,
propionaldehído,
(2-metoxietoxi) acetaldehído dimetilacetal o bencenaldehído.

Modificaciones Aniónicas:

Se puede usar una modificación aniónica de la cadena principal polimérica para preparar los materiales con respuesta a tensioactivo para el encapsulado de los agentes de mejora, por ejemplo perfume, en un acondicionador de tejidos.

Como se ha indicado anteriormente, se prefieren los aldehídos, los agentes de modificación aniónicos alternativos incluyen:

ácido 2-bencenaldehído sulfónico,
(4-nitrobenciloxi)benzalaldehído,
2-carboxibenzaldehído,
4-nitrocinnamalaldehído,
2-nitrobenzalaldehído,
4-cloro-3-nitrobenzalaldehído,
3-nitrobenzalaldehído,
2-hidroxi-3-metoxi-5-nitrobenzalaldehído,
6-nitroveratralaldehído,
4-carboxibenzaldehído,
2,4-dinitrobenzalaldehído,
4-metoxi-3-nitrobenzalaldehído,
4-hidoxi-3-nitrobenzalaldehído,
diacetato de 5-nitro-2-furalaldehído,
3,5-dinitrosalicilaldehído,
3-carboxibenzaldehído,
3-nitro-4-(1-pirrolidino)benzalaldehído,
2-hidoxi-3-nitrobenzalaldehído,

5 piridin-2-carboxaldehído 4-nitrofenilhidrazona,
 1-(dimetilaminometil)ciclopentancarboxaldehído,
 5-benciloxiindol-3-carboxaldehído,
 5-nitrothiofen-2-carboxaldehído,
 3-bromo-2-hidroxi-5-nitrobenzalaldehído,
 2-nitrothiofen-4-carboxaldehído,
 5-hidoxi-2-nitrobenzalaldehído,
 4-metil-3-nitrobenzalaldehído,
 1-(2-nitrobencil)pirrol-2-carboxaldehído,
 10 2-carboxi-3,4-dimetoxibenzaldehído,
 2-fluoro-5-nitrobenzalaldehído,
 5-metoxi-1-metil-4-nitroindol-3-carboxaldehído,
 5-fluoro-2-nitrobenzalaldehído.

15 El reactivo de modificación adicional preferido es un aldehído o un acetal, preferentemente sal de sodio de ácido, 2-benzaldehído sulfónico. Esta tiene un grupo aniónico, que facilita la interacción con tensioactivos catiónicos tales como los usados en los acondicionadores de aclarado. Por otra parte, las propiedades hidrófilas/hidrófobas del producto final se pueden ajustar por medio del ajuste de las relaciones de alimentación de los agentes de derivatización hidrófobo y aniónico.

20 El material de derivatización aniónico está preferentemente presente en el polímero en una cantidad de 0,1 a 40 % en peso, basado en el peso total del polímero, más preferentemente de 2 a 30 %, lo más preferentemente de 5 a 25 %. Cuando se llevan a cabo intentos para producir materiales con niveles elevados de derivatización, pueden quedar residuos del reactivo de modificación.

25 El material de derivatización aniónico está preferentemente presente en una cantidad tal que la relación en número de grupos de derivatización con respecto a pares de hidroxilo libres en la cadena principal sea de 1:2 a 1:30, más preferentemente de 1:4 a 1:25, lo más preferentemente de 1:7 a 1:20, por ejemplo de 1:8 a 1:19.

Modificaciones Catiónicas:

30 La modificación catiónica de la cadena principal polimérica se puede usar para preparar materiales con respuesta a tensioactivos para el encapsulado de los agentes de mejora, por ejemplo perfume, en la composición de detergente que comprende tensioactivos aniónicos y/o no iónicos. Estos se denominan partículas "derivatizadas con catión/aniónicas sometidas a formación de complejos".

Los agentes de modificación catiónicos alternativos incluyen: es

35 4-aminobutiralaldehído dimetil acetal,
 aminoacetalaldehído dietil acetal,
 anilinoacetalaldehído dietil acetal,
 N,N-dimetilformamida dimetil acetal,
 N-bencilaminoacetalaldehído dietil acetal,
 aminoacetalaldehído dimetil acetal,
 piridin-4-carboxaldehído,
 1-metilpirrol-2-carboxaldehído,
 40 piridin-2-carboxaldehído,
 4-dimetilaminobenzaldehído,
 4-dietilaminobenzaldehído,
 pirrol-2-carboxaldehído,
 2-clorobenzaldehído tiosemicarbazona,
 45 piridin-3-carboxaldehído,
 indol-3-carboxaldehído,
 3,5-dinitrosalicilaldehído,
 2-fenilindol-3-carboxaldehído,
 4-dimetilamino-cinnamalaldehído,
 50 4-dimetilaminobutiralaldehído dietil acetal,
 5-cloroindol-3-carboxaldehído,
 indol-5-carboxaldehído,
 1-metilbencimidazol-2-carboxaldehído,
 2-(2,2,2-trimetilacetamido)piridin-3-carboxaldehído,
 55 2-amino-5-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 3-aminopiridin-4-carboxaldehído,
 4-aminopiridin-3-carboxaldehído,
 4-amino-5-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 2-cloro-4-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 60 5-bromo-2-metoxipiridin-3-carboxaldehído,

- 2-metoxipiridin-3-carboxaldehído,
2-etoxipiridin-3-carboxaldehído,
2-isopropoxipiridin-3-carboxaldehído,
2-(ciclopropilmetoxi)piridin-3-carboxaldehído,
5 2-cloropiridin-4-carboxaldehído,
2-n-propoxipiridin-3-carboxaldehído,
2-ciclopentiloxipiridin-3-carboxaldehído,
2-(2,2,2-trifluoroetoxi)piridin-3-carboxaldehído,
6-(1-pirrolidino)piridin-3-carboxaldehído,
10 6-(1-piperidino)piridin-3-carboxaldehído,
6-ciclopentil-oxipiridin-3-carboxaldehído,
6-ciclohexiloxipiridin-3-carboxaldehído,
5-bromopiridin-2-carboxaldehído,
2-(3-dimetilaminopropoxi)benzalaldehído,
15 1,3,5-trimetil-1H-piazol-4-carboxaldehído,
5-benciloxi-6-azaindol-3-carboxaldehído,
3-(p-tolil)-1H-pirazol-4-carboxaldehído,
N-metilaminoacetaldehído dimetil acetal, dimetilaminoacetaldehído dietil acetal,
4-dietilaminosalicilaldehído,
20 4-aminobutiraldehído dietil acetal,
2-amino-5-clorobenzaldehído,
2-bromopiridin-4-carboxaldehído,
2-aminopiridin-3-carboxaldehído,
4-dimetilaminobenzaldehído
- 25 El reactivo de modificación adicional preferido es un acetal o un aldehído, preferentemente 4-aminobutiraldehído dimetil acetal. Este tiene un grupo catiónico, que facilita la interacción con tensioactivos aniónicos tales como los que se usan en los detergentes de lavado principal. Por otra parte, las propiedades hidrófilas/hidrófobas del producto se pueden ajustar por medio del ajuste de las relaciones de alimentación y naturaleza de los agentes de derivatización hidrófobos y catiónicos.
- 30 El material de derivatización catiónico está preferentemente presente en el polímero en una cantidad de 0,1 a 40 % en peso, basado en el peso total del polímero, más preferentemente de 2 a 30 %, lo más preferentemente de 3 a 25 %.
- El material de derivatización está presente preferentemente en una cantidad tal que la relación en número de grupos de derivatización con respecto a pares de hidroxilo libres en la cadena principal es de 1:2 a 1:30, más preferentemente de 1:4 a 1:28, lo más preferentemente de 1:5 a 1:25, por ejemplo, de 1:6 a 1:24.
- 35

Otros componentes de película:

Puede resultar ventajoso para la película soluble en agua proporcionar una estructura polimérica reticulada. El nivel de reticulación se debe mantener bajo para evitar la formación de un material insoluble.

- 40 Los agentes de reticulación particularmente apropiados incluyen formaldehído; poliésteres; epóxidos; amidoaminas; anhídridos; fenoles; isocianatos; ésteres vinílicos; uretanos; poliimidas; arílicos; bis(metaacrilcoxipropil) tetrametilsiloxano (estirenos, metacrilatos de metilo); n-diazopiruvatos; ácidos fenilborónicos; cis-platino; divinilbenceno; poliamidas; dialdehídos; cianuratos de trialilo; haluros de N-(2-etanosulfoniletil)piridinio; tetraalquil titanatos; mezclas de titanatos y boratos o circonatos; iones polivalentes de Cr, Zr, Ti; dialdehídos, dicetonas; complejos de alcohol de organotitanatos, zircoatos y boratos y complejos de cobre (II). Para las películas basadas en PVOH, el agente de reticulación preferido es un óxido de metaloide tal como un borato, telurato, arsenato y precursores de los mismos. Otros agentes de reticulación conocidos incluyen ion de vanadilo, ion de titanio en estado de valencia más tres, o un ion de permanganato (desvelado en la patente US 3.518.242). Los agentes de reticulación alternativos se proporcionan en el libro: Polyvinylalcohol - Properties and applications, Capítulo 9 de C.A. Finch (John Wiley & Sons, Nueva York, 1973).
- 45
- 50 La película puede incorporar un plastificante y/o un agente de modificación de cristalinidad. Debe entenderse que el término "plastificante" y la expresión "agente de modificación de cristalinidad" son intercambiables ya que una referencia a uno es una referencia implícita al otro.

- La propia agua es un plastificante apropiado para las películas de PVOH pero otros plastificantes comunes incluyen: compuestos polihidroxilados, por ejemplo, glicerol, trimetilolpropano, dietilenglicol, trietilenglicol, sorbitol, dipropilenglicol, polietilen glicol; almidones, por ejemplo, éter de almidón, almidón esterificado, almidón oxidado y almidones de patata, tapioca y trigo; celulósicos/hidratos de carbono, por ejemplo, amilopectina, carboximetilcelulosa de dextrina y pectina.
- 55

Las aminas son plastificantes particularmente preferidos.

Los plastificantes apropiados para películas basadas en PVP se pueden escoger entre uno o más de:

- 5 fosfatos por ejemplo tris(2-etilhexil)fosfato, fosfato de isopropilo y difenilo, tributoxietilfosfato; polioles por ejemplo glicerol, sorbitol, diperlagonato de dietilen glicol, di-2-etilhexanoato de polietilen glicol, tartrato de dibutilo; ésteres de poliol por ejemplo policaprolactonas que contienen grupos hidroxilo, poli-L-lactida que contiene grupos hidroxilo; ftalatos inferiores por ejemplo ftalato de dimetilo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo; y sulfonamidas por ejemplo toluen sulfonamida, N-etiltoluen sulfonamida.

Los plastificantes apropiados para las películas basadas en PEO se pueden escoger entre uno o más de:

- 10 fosfatos por ejemplo tris(2-etilhexil)fosfato, fosfato de isopropilo y difenilo, tributoxietilfosfato; polioles por ejemplo glicerol, sorbitol, diperlagonato de dietilen glicol, di-2-etilhexanoato de polietilen glicol, tartrato de dibutilo; ftalatos inferiores por ejemplo ftalato de dimetilo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo; y sulfonamidas por ejemplo toluen sulfonamida, N-etiltoluen sulfonamida.

15 **Tensioactivos de Encapsulado:**

El tensioactivo que se usa para formar el complejo con la película depende de si la película es no iónica, o modificada con grupos aniónicos o catiónicos. Si la partícula va destinada a uso en una composición de tratamiento para lavado de ropa, el tensioactivo puede ser el mismo que el que se usa en la composición de tratamiento para lavado de ropa o puede ser diferente.

- 20 Los tensioactivos no iónicos apropiados son: alcoholes etoxilados, éter de alquil fenol y poliglicol, alquilolamida de ácido graso, poli(éter de etilen glicol) de alcohol graso, alquil poliglicósido, polietileno sometido a extrusión. Se pueden usar mezclas de estos tensioactivos. Los alcoholes etoxilados son tensioactivos no iónicos particularmente preferidos.

Se prefiere particularmente el uso de especies de tensioactivo cargadas

- 25 Los tensioactivos aniónicos apropiados son: sulfonato de alquilbenceno lineal (LAS), sulfato de alquilo primario (PAS), sulfatos de éter graso (LES), sulfonato de alcano secundario, sulfonato de α -olefina, éster metílico de ácido graso α -sulfónico, sulfonatos de éster metílico (MES). Los tensioactivos preferidos son LAS, PAS, LES y mezclas de los mismos. Los materiales particularmente preferidos incluyen sulfato de alcohol graso de sodio, sulfato de alcohol graso de amonio, sulfato de éter de alcohol de amonio, sulfato de éter graso de sodio, carboxilato de éter de alcohol y poli(carboxilato de éter de oxietileno) de nonilfenol. El tensioactivo más preferido es LAS.

Los tensioactivos catiónicos apropiados son especies catiónicas solubles en agua que tienen al menos una cadena alquílica o alquénica. Es preferible que la suma de la longitud de las cadenas alquílicas sea menor de 20. Los tensioactivos catiónicos preferidos son: compuestos de amonio cuaternario que tienen grupos alifáticos de cadena larga individual. Se prefiere, de forma particular, cloruro de amonio-trimetilo-cetilo.

35 **Agentes de Mejora:**

Los agentes de mejora preferidos de acuerdo con la presente invención tienen un ClogP mayor de 0,5. En las composiciones y procedimientos descritos en la presente memoria, los agentes de mejora son materiales hidrófobos que pueden proporcionar un efecto positivo o beneficioso al sustrato, por ejemplo, al cabello, la piel, un tejido y los dientes.

- 40 Los agentes de mejora preferidos incluyen perfumes, lubricantes y otros materiales oleosos. Los agentes de mejora particularmente preferidos incluyen, pero sin limitación, los siguientes:

a) aceites de silicona, resinas, y modificaciones de los mismos tales como polidimetilsiloxanos cíclicos y lineales, aceites de silicona de alquilarilo, arilo y alicíclicos con modificación de amina, que preferentemente tienen una viscosidad mayor de 50.000 cst;

- 45 b) componentes de perfume que incluyen fragancia, perfumería, y aceites esenciales y resinas, y materiales de pro-fragancia;

c) sustancias orgánicas activas como filtros solares, por ejemplo, metoxi cinnamato de octilo;

d) agentes antimicrobianos, por ejemplo, 2-hidroxi-4,2,4-triclorodifeniléter;

e) disolventes de éster; por ejemplo, miristato de isopropilo;

- 50 f) lípidos y sustancias de tipo lípidos, por ejemplo, colesterol;

g) hidrocarburos tales como parafinas, petrolato y aceite mineral

h) aceites vegetales y de pescado;

i) extractos de plantas hidrófobos;

j) ceras;

5 k) pigmentos que incluyen compuestos orgánicos con superficie modificada hidrofóbicamente y/o dispersados en un aceite o un líquido hidrófobo, y;

l) ésteres de azúcar, tales como poliéster de sacarosa (SPE).

10 Los agentes de mejora más preferidos son los antimicrobianos, lubricantes (tales como siliconas, SPE e hidrocarburos) y los componentes de perfume. Los componentes de perfume incluyen tanto materiales odoríferos como materiales de pro-fragancia.

15 La pro-fragancia puede, por ejemplo, ser un lípido alimentario. Los lípidos alimentarios típicamente contienen unidades estructurales con naturaleza hidrófoba pronunciada. La mayoría de los lípidos proceden de ácidos grasos. En estos lípidos de "ácido", los ácidos grasos están predominantemente presentes como ésteres e incluyen mono-, di-, triacil glicerol, fosfolípidos, glucolípidos, lípidos de diol, ceras, ésteres de esteroles y tocoferoles. En su estado natural, los lípidos de plantas comprenden antioxidantes para evitar su oxidación. Aunque estos pueden retirarse al menos en parte durante el aislamiento de aceites a partir de plantas, pueden quedar algunos antioxidantes. Estos antioxidantes pueden ser pro-fragancias. En particular, los carotenoides y los compuestos relacionados que incluyen vitamina A, retinol, retinal, ácido retinoico y pro-vitamina A con susceptibles de conversión en especies de fragancias que incluyen iononas, damasconas y damascenonas. Los lípidos alimentarios de pro-fragancia preferidos incluyen
20 aceite de oliva, aceite de palma, aceite de colza, escualeno, aceite de semilla de girasol, aceite de germen de trigo, aceite de almendra, aceite de coco, aceite de semilla de uva, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de cártamo, aceite de maní, aceite de semilla de amapola, aceite de almendra de palma, aceite de salvado de arroz, aceite de sésamo, aceite de soja, aceite de semilla de calabaza, aceite de yoyoba y aceite de semilla de mostaza. Los componentes de perfume que son materiales odoríferos se describen con
25 detalle adicional a continuación.

Perfumes:

El perfume está presente típicamente en una cantidad de 10-85 % en peso total de la partícula, preferentemente de 20 a 75 % en peso total de la partícula. El perfume, de manera apropiada, tiene un peso molecular de 50 a 500.

30 Los componentes útiles del perfume incluyen materiales de origen tanto natural como sintético. Incluyen compuestos individuales y mezclas. Los ejemplos específicos de dichos componentes se pueden encontrar en la bibliografía actual, por ejemplo, en Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 de M. B. Jacobs, editado por Van Nostrand; o Perfume and Flavor Chemicals de S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (EE.UU.). Estas sustancias se conocen bien por parte de la persona experta en la técnica de formación de perfumes, aromatizantes y/o productos de consumo aromatizantes, es decir, por conferir olor y/o aroma o sabor al producto de
35 consumo tradicionalmente perfumado o aromatizado, o por modificar el olor y/o sabor de dicho producto de consumo.

Por perfume, en el presente contexto, no solo se entiende una fragancia de producto completamente formulado, sino también componentes seleccionados de esa fragancia, en particular los que son susceptibles de pérdida, tal como los denominados "notas superiores".

40 Las notas superiores se definen por parte de Poucher (Journal of the Society of Cosmetics Chemists 6(2):80 [1955]). Los ejemplos de notas superiores bien conocidos incluyen aceites de cítricos, linalol, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. Las notas superiores típicamente comprenden 15-25 % en peso de una composición de perfume y en esas realizaciones de la invención que contienen un nivel mayor de notas superiores se prevé que al menos 20 % en peso esté presente dentro del encapsulado.

45 Los componentes de perfume típicos que resulta ventajoso encapsular, incluyen aquellos con un punto de ebullición relativamente bajo, preferentemente los que tienen un punto de ebullición menor de 300, preferentemente 100-250 °C.

50 También resulta ventajoso encapsular componentes de perfume que tienen un LogP (es decir, los que se separan en agua), preferentemente con un LogP menor de 3,0. Estos materiales, de punto de ebullición relativamente bajo y LogP relativamente bajo se han denominado ingredientes de perfume de "florencia retardada" e incluyen los siguientes materiales:

Caproato de Alilo, Acetato de Amilo, Propionato de Amilo, Aldehído Anísico, Anisol, Benzaldehído, Acetato de Bencilo, Bencil Acetona, Alcohol Bencílico, Formiato de Bencilo, Iso Valerato de Bencilo, Propionato de Bencilo, Beta Gamma Hexenol, Goma de Alcanfor, Laevo-Carvona, d-Carvona, Alcohol Cinámico, Formiato de Cinamilo,

5 Cis-Jasmona, Acetato de cis-3-hexenilo, Alcohol Cumínico, Ciclal C, Bencil Dimetil Carbinol, Acetato de Bencil Dimetil Carbinol, Acetato de Etilo, Aceto Acetato de Etilo, Amil Etil Cetona, Benzoato de Etilo, Butirato de Etilo, Etil Hexil Cetona, Acetato de Etilo y Fenilo, Eucaliptol, Eugenol, Acetato de Fenchilo, Acetato de Flor (Acetato de triciclo Decenilo), Fruteno (Propionato de triciclo Decenilo), Geraniol, Hexenol, Acetato de Hexenilo, Acetato de Hexilo, Formiato de Hexilo, Alcohol Hidratrópico, Hidroxicitronelal, Indona, Alcohol Isoamílico, Iso Mentona, Acetato de Isopulegilo, Isoquinolina, Ligustral, Linalol, Óxido de Linalol, Formiato de Linalilo, Mentona, Mentil Acetfenona, Amil Metil Cetona, Antranilato de Metilo, Benzoato de Metilo, Acetato de Benilo y Metilo, Metil Eugenol, Metil Heptenona, Carbonato de Heptina y Metilo, Heptil Metil Cetona, Hexil Metil Cetona, Acetato de Carbinilo, Metilo y Fenilo, Salicilato de Metilo, Antranilato de Metilo y N-Metilo, Nerol, Octalactona, Alcohol Octílico, p-Cresol, Éter Metílico de p-Cresol, p-Metoxi Acetofenona, p-Metil Acetofenona, Fenoxi Etanol, Fenil Acetaldehído, Acetato de Etilo y Fenilo, Alcohol Etil Fenílico, Etil Dimetil Fenil Carbinol, Acetato de Prenilo, Bornato de Propilo, Pulegona, Óxido de Rosa, Safrol, 4-Terpinenol, Alfa-Terpinenol y/o Viridina

15 Es frecuente la presencia de una pluralidad de componentes de perfume en la formulación. En los encapsulados de la presente invención, se prevé que existan cuatro o más, preferentemente cinco o más, más preferentemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfume diferentes a partir del listado anterior proporcionado de perfumes de fluorescencia retardada en el perfume encapsulado.

20 Otro grupo de perfumes con el que se puede aplicar la presente invención son los denominados materiales de "aromaterapia". Estos incluyen muchos componentes también usados en perfumería, incluyendo componentes de aceites esenciales tales como Salvia, Eucalipto, Geranio, Lavanda, Extracto de Maza, Neroli, Nuez Moscada, Menta, Hoja de Violeta Dulce o Valeriana. Por medio de la presente invención, estos materiales se pueden transferir a los artículos textiles que se usan o, por el contrario, están en contacto con el cuerpo humano (tal como pañuelos y ropa de cama).

Procedimiento de fabricación:

25 La modificación del polímero se puede lograr por medio de una diversidad de procesos conocidos. Por ejemplo, en la fabricación de PVOH modificado, se hace reaccionar una solución ácida de PVOH (preferentemente formada a una temperatura por encima de 80 °C) a aproximadamente 70 °C con un aldehído/acetal (preferentemente añadido gota a gota). Tras la adición de los componentes, se permite que la reacción transcurra durante varias horas a STP.

Los encapsulados de la presente invención se pueden formar por medio de mezcla de una solución del polímero modificado con el agente de mejora bajo cizalla, seguido de la adición de un tensioactivo, de nuevo bajo cizalla.

Uso en Productos:

35 Las partículas descritas se pueden emplear en un amplio intervalo de productos para limpieza y/o acondicionamiento y la composición particular del producto depende del sustrato objeto de tratamiento, por ejemplo, el cabello, la piel, un tejido, dientes, materiales textiles y superficies duras. Los productos limpiadores tales como champú acondicionador, gel, jabón líquido, detergente para lavado de ropa, acondicionador para tejidos, pasta dentífrica y productos de limpieza de mostradores, caracterizados por tener cargas relativamente elevadas de tensioactivos detergers, son algunos de las formas de producto que representan a estas composiciones.

Se prefiere, de forma particular, que la composición sea un detergente para lavado de ropa o un acondicionador para tejidos, que se describen con más detalle a continuación.

Productos para Lavado de Ropa:

40 La composición de la invención también contiene uno o más tensioactivos y otros ingredientes de forma que la composición sea completamente funcional como limpiador para lavado de ropa y/o composición de higiene. Una composición de la invención está en forma líquida. La composición se puede concentrar o diluir, rehidratar y/o disolver en un disolvente, incluyendo agua, antes de su uso. La composición también puede ser una composición de uso inmediato.

45 La presente invención es apropiada para uso en composiciones de lavado de tejidos domésticas o industriales, composiciones de acondicionamiento de tejidos y composiciones tanto para lavado como para acondicionado de tejidos (denominadas composiciones acondicionadoras para lavado). Otros ingredientes contemplados que incluyen tensioactivos, hidrotropos, conservantes, cargas, aglutinantes, agentes de formación de complejos, estabilizantes, otros ingredientes de detergente convencionales, o combinaciones de uno o más de los mismos se comentan a continuación. La composición también puede contener otros ingredientes de detergente convencionales tales como, por ejemplo, acondicionadores para tejidos que incluyen arcillas, estimuladores de espuma, agentes de eliminación de espuma (anti-espumantes), agentes anti-corrosión, anti-microbianos, colorantes de matizado, foto-blanqueadores, agentes fluorescentes o inhibidores de brillo. Las composiciones para lavado de tejidos de acuerdo con la presente están en forma líquida. Los productos acondicionadores de tejidos de por sí son generalmente líquidos.

55 Como se ha indicado anteriormente, el tensioactivo que se usa en la masa del producto y que se usa para encapsular el agente de mejora puede ser el mismo o no. Esto es particularmente el caso de las formulaciones de

base catiónica ya que los tensioactivos catiónicos usados en los acondicionadores de aclarado tienden a ser de baja solubilidad.

Tensioactivos Detersivos:

Las composiciones para lavado de tejidos de acuerdo con la presente invención comprenden un material de detergente para lavado de tejidos seleccionado entre tensioactivo aniónico no jabonoso, tensioactivos no iónicos, jabón, tensioactivos anfóteros, tensioactivos zwitteriónicos y mezclas de los mismos. Las composiciones de detergente apropiadas para su uso en máquinas de lavado de tejidos automáticas domésticas o industriales generalmente contienen un tensioactivo no iónico o tensioactivo no jabonoso aniónico o combinaciones de los dos en una relación apropiada, como se sabe por parte de la persona experta en la técnica, opcionalmente junto con jabón. Muchos compuestos activos de detergente apropiados se encuentran disponibles y se describen por completo en la bibliografía, por ejemplo en "Surface-Active Agents and Detergents", Volúmenes I y II, de Schwartz, Perry & Berch. Los tensioactivos están típicamente presentes en la composición en una cantidad de 0,1 % a 60 % en peso. Se pueden emplear niveles elevados de tensioactivo (hasta casi 100 %), pero esto puede dejar poco espacio en la formulación para aglutinantes y otros componentes, lo que puede traducirse en un producto pegajoso que precisa un procesamiento especial.

Los tensioactivos detersivos aniónicos apropiados se conocen bien por parte de la persona experta en la técnica e incluyen sulfonato de alquil benceno, sulfatos de alquilo primarios y secundarios, en particular sulfatos de alquilo C₈-C₁₅ primarios; sulfatos de alquil éter; sulfonatos de olefina; sulfonatos de alquil xileno, sulfosuccinatos de dialquilo; carboxilatos de éter; isetonatos; sarcosinatos; sulfonatos de éster de ácido graso y mezclas de los mismos. Generalmente se prefieren las sales de sodio. Cuando se incluye en la presente memoria, la composición normalmente contiene de aproximadamente 1 % a aproximadamente 50 %, preferentemente de 10 % en peso -40 % en peso de la composición de tratamiento de tejidos de un tensioactivo aniónico tal como sulfonato de alquilbenceno lineal, sulfonato de alfa-olefina, sulfato de alquilo (sulfato de alcohol graso), etoxisulfato de alcohol, sulfonato de alcano secundario, éster metílico de ácido alfa-sulfo graso, ácido alquilo alquenilsuccínico o jabón. Los tensioactivos preferidos son sulfatos de alquil éter y mezclas de tensioactivos no iónicos de alquilo alcoxilados con sulfonatos de alquilo o sulfatos de alquil éter. Muchos de estos tensioactivos también son apropiados para la preparación de las partículas a las cuales hace referencia la presente invención.

Los sulfatos de alquil éter preferidos son alquilo C₈-C₁₅ y tienen 2-10 moles de etoxilación. Los sulfatos de alquilo preferidos son sulfonatos de alquilbenceno, en particular sulfonatos de alquilbenceno lineales que tienen una longitud de cadena alquílica de C₈-C₁₅. El contra ion de los tensioactivos aniónicos es típicamente sodio, aunque se pueden usar otros contra-iones tales como TEA o amonio. Los materiales de tensioactivo aniónico apropiado se encuentran disponibles en el mercado como la gama 'Genapol'™ de Clariant.

Los tensioactivos no iónicos también se conocen por parte de la persona experta en la técnica e incluyen etoxilatos de alcohol primario y secundario, especialmente alcohol alifático C₈-C₂₀ etoxilado con una media de 1 a 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, y más especialmente los alcoholes alifáticos primarios o secundarios C₁₀-C₁₅ etoxilados con una media de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol. Los tensioactivos no iónicos etoxilados incluyen alquil poliglicósidos, monoéteres de glicerol y polihidroxi aminas (glucamida). Se pueden usar las mezclas de tensioactivo no iónico. Cuando se incluye en la presente memoria, la composición normalmente contiene de aproximadamente 0,2 % a aproximadamente 40 %, preferentemente de 1 a 20 % en peso, más preferentemente de 5 a 15 % en peso de un tensioactivo no iónico tal como un etoxilato de alcohol, etoxilato de nonilfenol, alquilpoliglicósido, alquildimetilaminaóxido, monoetanolamida de ácido graso etoxilado, monoetanolamida de ácido graso, amida de ácido graso de polihidroxi alquilo o derivados de N-acilo y N-alquilo de glucosamina ("glucamidas").

Los tensioactivos no iónicos que se pueden usar en las formulaciones limpiadoras incluyen los etoxilatos de alcohol primarios y secundarios, especialmente los alcoholes alifáticos C₈-C₂₀ etoxilados con una media de 1 a 35 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, y más especialmente los alcoholes alifáticos C₁₀-C₁₅ primarios y secundarios etoxilados con una media de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol.

Muchas composiciones de lavado que comprenden las partículas derivatizadas con catión/sometidas a formación de complejo con anión de la presente invención generalmente se usan de forma normal, dosificándose en agua para formar un líquido de lavado que contiene tensioactivo que está en contacto con los artículos que se pretende lavar. Tras cierto tiempo, resulta frecuente separar los artículos del líquido de lavado y aclarar los artículos en agua que no contiene tensioactivo. Muchas partículas permanecen en contacto con los artículos que se lavan ya que son filtradas por los artículos. En ese momento, se piensa que las partículas pierden el tensioactivo aniónico procedente del complejo con el polímero catiónico, lo que conduce a la desintegración de la película y la liberación de los contenidos de la partícula. Idealmente, el retardo de la liberación de los contenidos de la partícula debería ser tal que el tensioactivo de lavado principal se haya retirado antes de la liberación del agente de mejora. Esto mejora la administración del agente de mejora ya que no se retira más por parte del tensioactivo.

Suavizantes de Tejido Catiónicos:

Los compuestos de suavizado de tejido catiónicos apropiados para su uso en las composiciones de suavizante de tejido de acuerdo con la invención son materiales de amonio sustancialmente insolubles en agua que comprenden una cadena larga de alquilo o alquenilo que tiene una longitud media de cadena mayor o igual de C20 o, más preferentemente, compuestos que comprenden un grupo de cabecera polar y dos cadenas de alquilo a alquenilo que tienen una longitud media de cadena mayor o igual de C14. Preferentemente, los compuestos de suavizante de tejido tienen dos cadenas largas de alquilo o alquenilo que tienen una longitud media de cadena mayor o igual de C16. Lo más preferentemente, al menos 50 % de los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga tienen una longitud de cadena de C18 o más. Es preferible que los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga del compuesto de suavizante de tejido sean predominantemente lineales.

Los compuestos de amonio cuaternario que tienen dos grupos alifáticos de cadena larga, por ejemplo, cloruro de diestearildimetil amonio y cloruro de dimetil amonio de di(alquilo de sebo endurecido), se usan ampliamente en las composiciones de acondicionador de aclarado disponibles a nivel comercial. Otros ejemplos de estos compuestos catiónicos se encuentran en "Surfactants Science Series" volumen 34 ed. Richmond 1990, volumen 37 ed. Rubingh 1991 y volumen 53 eds. Cross and Singer 1994, Marcel Dekker Inc. New York".

Se puede usar cualesquiera tipos convencionales de dichos compuestos en las composiciones de la presente invención.

Los compuestos suavizantes de tejidos son preferentemente compuestos que proporcionan excelente suavizado, y se caracterizan por una temperatura de transición L β a L α de fusión de cadena mayor de 250 °C, preferentemente mayor de 350 °C, lo más preferentemente mayor de 450 °C. Esta transición L β a L α se puede medir por medio de calorimetría de barrido diferencial como se define en "Handbook of Lipid Bilayers", D Marsh, CRC Press, Boca Raton, Florida, 1990 (páginas 137 y 337).

Los compuestos suavizantes de tejidos sustancialmente insolubles en agua se definen como compuestos suavizantes de tejidos que tienen una solubilidad menor de 1×10^{-3} % en peso en agua desmineralizada a 20°C. Preferentemente, los compuestos suavizantes de tejidos tienen una solubilidad menor de 1×10^{-4} % en peso, más preferentemente menor de 1×10^{-8} a 1×10^{-6} % en peso.

Se prefieren especialmente los compuestos suavizantes de tejido que son materiales de amonio cuaternario insolubles en agua que tienen dos grupos alquilo o alquenilo C12-22 conectados a la molécula por medio de al menos un enlace éster, preferentemente dos enlaces éster. Cloruro de di(taloxiloxietil) dimetil amonio y/o su análogo de sebo endurecido son compuestos especialmente preferidos de esta clase.

Un segundo tipo preferido comprende los derivados de trietanolamina (en lo sucesivo denominado "cuats TEA") como se describe por ejemplo en el documento US 3915867. Los materiales apropiados son, por ejemplo, cloruro de amonio cuaternario o metosulfato de ditallowéster de N-metil-N,N,N-trietanolamina o tallowéster-di-endurecido. Los ejemplos de cuats de TEA comercialmente disponibles incluyen Rewoquat WE18 y Rewoquat WE20, ambos parcialmente insaturados (ej. WITCO), Tetranyl AOT-1, completamente saturado (ej. KAO) y Stepantex VP 85, completamente saturado (ej. Stepan).

Resulta ventajoso que el material de amonio cuaternario sea biológicamente biodegradable.

Se prevé que una ventaja del uso de las partículas de agente de mejora de la presente invención particularmente en las formulaciones de acondicionador de aclarado es que permite que el agente de mejora se mantenga separado del tensioactivo durante el almacenamiento. Esto es importante cuando el agente de mejora, tal como un perfume o un lubricante, puede interactuar con el tensioactivo y puede provocar cambios de reología en el producto. Por ejemplo, las formulaciones de aclarado-acondicionador (especialmente las basadas en tensioactivos menos solubles), con frecuencia son relativamente inestables y la interacción del perfume con el tensioactivo puede conducir a una separación de fases a gran escala. Se prevé que la fijación del perfume en las partículas hasta que sea necesario es una forma de solucionar este problema.

Otros Componentes:

La composición puede contener un hidrotropo. El término "hidrotropo" generalmente significa un compuesto con la capacidad de aumentar las solubilidades, preferentemente la solubilidades acuosas, de determinados compuestos orgánicos ligeramente solubles. Los ejemplos de hidrotropos incluyen xilen sulfonato de sodio, SCM.

La composición puede comprender un disolvente tal como agua o un disolvente orgánico tal como un alcohol isopropílico o éteres de glicol. Los disolventes están típicamente presentes en las composiciones líquidas o de gel.

La composición puede contener un agente de formación de quelatos de metal tal como carbonatos, bicarbonatos y sesquicarbonatos. El agente de formación de quelatos de metal puede ser un estabilizador de blanqueador (es decir, un agente de fijación de metales pesados). Los agentes apropiados de formación de quelatos de metal incluyen tetraacetato de etilendiamina (EDTA), pentaacetato de dietilentriamina (DTPA), disuccinato de etilendiamina (EDDS)

y polifosfonatos tales como Dequest (Nombre Comercial), tetrametilen fosfonato de etilendiamina (EDTMP) y pentametilen fosfato de dietilentriamina (DETPMP).

Los materiales de aglutinante pueden estar presentes y se pueden escoger entre 1) materiales de fijación de calcio, 2) materiales de precipitación, 3) materiales de intercambio iónico de calcio y 4) mezclas de los mismos.

- 5 Ejemplos de los materiales de aglutinante de agente de fijación de calcio incluyen polifosfatos de metal alcalino, tales como tripolifosfato de sodio y agentes de fijación orgánicos, tales como ácido etilen diamino tetra-acético.

Los ejemplos de materiales de aglutinante de precipitación incluyen ortofosfato de sodio y carbonato de sodio.

- 10 Los ejemplos de materiales de aglutinante de intercambio iónico de calcio incluyen diversos tipos de aluminosilicatos amorfos o cristalinos insolubles en agua, de los cuales las zeolitas son los representantes mejor conocidos, por ejemplo zeolita A, zeolita B (también denominada zeolita P), zeolita C, zeolita X, zeolita Y y también zeolita de tipo P como se describe en el documento EP-A-0.384.070.

- 15 La composición también puede contener un 0-65 % de un aglutinante o agente de formación de complejos tal como ácido etilendiaminotetracético, ácido dietilentriamino-pentacético, ácido alquil- o alquenilsuccínico, ácido nitriloacético u otros aglutinantes mencionados a continuación. Muchos aglutinantes también son agentes de estabilización de blanqueadores en función de su capacidad para formar complejos de iones metálicos.

Cuando está presente el aglutinante, las composiciones pueden contener de forma apropiada menos de un 20 % en peso, preferentemente menos de un 10 % en peso, y lo más preferentemente menos de un 10 % en peso del aglutinante de detergencia.

- 20 La composición puede contener como aglutinante un aluminosilicato cristalino, preferentemente un aluminosilicato de metal alcalino, más preferentemente un aluminosilicato de sodio. Éste está típicamente presente en una cantidad menor de 15 % en peso. Los aluminosilicatos son materiales que tienen la fórmula general:



- 25 en la que M es un catión monovalente, preferentemente sodio. Estos materiales contienen cierta agua ligada y se requiere que tengan una capacidad de intercambio de ion de calcio de al menos 50 mg de CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO_2 en la fórmula anterior. Se pueden preparar fácilmente mediante reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, como se describe ampliamente en la bibliografía. La relación de tensioactivos con respecto a aluminosilicatos (cuando están presentes) es preferentemente mayor de 5:2, más preferentemente mayor de 3:1.

- 30 Alternativamente, o adicionalmente a los aglutinantes de aluminosilicato, se pueden usar aglutinantes de fosfato. En esta técnica, el término "fosfato" abarca especies de difosfato, trifosfato y fosfonato. Otras formas de aglutinantes incluyen silicatos, tales como silicatos solubles, metasilicatos, silicatos en forma de capas (por ejemplo, SKS-6 de Hoechst).

Para las formulaciones de bajo coste se pueden emplear carbonato (incluyendo bicarbonato y sesquicarbonato) y/o citrato como aglutinantes.

- 35 Uno o más enzimas pueden estar presentes en una composición de la invención y cuando se pone en práctica un procedimiento de la invención. Las enzimas especialmente contempladas incluyen proteasas, alfa-amilasas, celulasas, lipasas, peroxidasas/oxidasas, pectato liasas y mananasas o mezclas de las mismas. Cualquier enzima presente en la composición se puede estabilizar usando alcohol de estabilización convencional, por ejemplo, un poliol tal como propilen glicol o glicerol, un azúcar o un alcohól de azúcar, ácido láctico, ácido bórico o un derivado de ácido bórico, por ejemplo, un éster de borato aromático, o un derivado de ácido fenil borónico tal como un ácido 4-formilfenil borónico, y la composición se puede formular como se describe por ejemplo en el documento WO 92/19709 y el documento WO 92/19708.

- 45 La composición puede comprender uno o más polímeros adicionales. Los ejemplos son carboximetilcelulosa, poli(vinil-pirrolidona), poli(etilen glicol), poli(alcohol vinílico), poli(vinilpiridina-N-óxido), poli(vinilimidazol), policarboxilatos tales como poli-acrilatos, copolímeros de ácido maleico/acrílico y copolímeros de metacrilato de laurilo/ácido acrílico.

- 50 Las composiciones de detergente modernas típicamente emplean polímeros denominados "inhibidores de transferencia de colorante". Estos evitan la migración de colorantes, especialmente durante tiempos de inmersión prolongados. Se puede usar cualesquiera agentes de inhibición de transferencia de colorante de acuerdo con la presente invención. En general, los agentes de inhibición de transferencia de colorante incluyen polímeros de polivinil pirrolidona, polímeros de poliamina N-óxido, copolímeros de N-vinilpirrolidona y N-vinilimidazol, ftalocianina de manganeso, peroxidasas y mezclas de los mismos. Se prefieren los polímeros DTI, de unión de colorante, que contienen nitrógeno. De éstos, se prefieren polímeros y co-polímeros de aminas cíclicas tales vinil pirrolidona y/o vinil imidazol. La cantidad de agente de inhibición de transferencia de colorante en la composición de acuerdo con la

presente invención es de 0,01 a 10 %, preferentemente de 0,02 a 5 %, más preferentemente de 0,03 a 2 %, en peso de la composición.

Otros polímeros usados en las composiciones para lavado de ropa incluyen polímeros de eliminación de suciedad y anti-redeposición así como también polímeros que mejoran las propiedades en forma de polvo. Los agentes de dispersión poliméricos pueden utilizarse de forma ventajosa en las composiciones de la presente memoria, especialmente en presencia de aglutinantes de silicato en forma de capas. Los agentes de dispersión poliméricos apropiados incluyen policarboxilatos y polietilen glicoles, aunque también se pueden usar otros conocidos en la técnica.

También se piensa que los agentes de dispersión poliméricos mejoran el rendimiento global del aglutinante de detergente, cuando se usan en combinación con otros aglutinantes (incluyendo los policarboxilatos de bajo peso molecular) por medio de inhibición del crecimiento de cristales, eliminación de suciedad en forma de partículas, peptización y anti-redeposición.

El agente de eliminación de suciedad conocido por los expertos en la técnica puede emplearse opcionalmente en las composiciones de acuerdo con la invención. Los agentes de eliminación de suciedad poliméricos se caracterizan por tener segmentos tanto hidrófilos, para hidrofilar la superficie de las fibras hidrófobas, tales como poliéster y nailon, como segmentos hidrófobos, para depositarse sobre las fibras hidrófobas y permanecer adheridos a las mismas a través de la terminación de los ciclos de lavado y aclarado, y por tanto, servir como anclaje para los segmentos hidrófilos. Esto puede favorecer que las manchas que permanecen tras el tratamiento con el agente de eliminación de suciedad se limpien más fácilmente en los procedimientos de lavado posteriores. Generalmente, los polímeros de eliminación de suciedad comprenden polímeros de ácidos dicarboxílicos aromáticos y alquilen glicoles (incluyendo polímeros que contienen polialquilen glicoles).

Se piensa que esos polímeros que se depositan sobre la prenda de ropa como parte de su actividad pueden contribuir a la deposición de agentes de mejora hidrófobos incluyendo pro-fragancias, perfumes generados a partir de la pro-fragancia y/u otros componentes de perfume presentes. También se pueden usar otros tipos de coadyuvante de deposición polimérico. Estos incluyen coadyuvantes de deposición poliméricos catiónicos. Los coadyuvantes de deposición poliméricos catiónicos incluyen polímeros catiónicos de guar tales como Jaguar (de Rhone Poulenc), derivados de celulosa catiónicos tales como Celquats (de National Starch), Flocaid (de National Starch), almidón de patata catiónico tal como SofGel (de Aralose), poliacrilamidas catiónicas tales como PCG (de Allied Colloids). Se prefieren particularmente los coadyuvantes poliméricos catiónicos.

Con el fin de que la invención se comprenda de forma adicional y se lleve a cabo en la práctica, a continuación de ilustra la invención por medio de los siguientes ejemplos no limitantes. La modificación adicional dentro del alcance de la presente invención resultará evidente para la persona experta en la técnica.

Ejemplos

Los reactivos usados en los procedimientos experimentales descritos en el presente informe se listan en la Tabla 1 y se usan tal y como se recibieron sin purificación adicional.

Tabla 1 - Reactivos usados como se describe en el presente informe

Reactivo	Código	Peso molecular	Intervalo de hidrólisis	Proveedor
PVOH	Mowiol 3-98	6000	98 %	Kuraray Specialities Europe GmbH
PVOH	Mowiol 6-98	19500	98 %	
PVOH	Mowiol 10-98	28000	98 %	
PVOH	Mowiol 20-98	42000	98 %	
PVOH	Mowiol 5-88	19500	88 %	
PVOH	Mowiol 8-88	28000	88 %	
PVOH	Mowiol 18-88	42000	88 %	
sal sódica de 2-sulfobenzaldehído	S0122	208	--	Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.
n-butiraldehído	B0751	72	--	
4-amino-butiraldehído	A1364	133	--	

Metodología general para la síntesis de polímero de PVOH modificado

Se introdujeron 2,0 g de PVOH y 20,0 ml de agua desionizada en un matraz de fondo redondo de 50 ml. A continuación se elevó la temperatura de la mezcla a 90 °C, y se mantuvo a esta temperatura hasta que el polímero se disolvió por completo. Después se enfrió la solución a 70 °C y se añadió catalizador de HCl (0,2 ml, solución acuosa de 37 %) a la solución bajo agitación. Se preparó una solución diluida de aldehído/acetal en agua desionizada (aproximadamente 7,0 %, pH neutro) y se añadió gota a gota la cantidad necesaria de la solución al reactor durante un período de 0,5 horas. Tras completar la adición, se agitó la mezcla de reacción a 70 °C durante 5 horas y después a temperatura ambiente durante 20 horas adicionales. Se sacó 1,0 ml de la solución de PVOH modificada tras completar la reacción y se secó por congelación. Se prepararon muestras para caracterización por espectroscopia de ¹H RMN por medio de solución del polvo polimérico en d₆-DMSO. Se registró el espectro en un espectrómetro Bruker 400 MHz.

Interacción entre el tensioactivo mPVOH

Se mezcló una solución de PVOH modificada al 10,0 % con 1,0 % de solución de tensioactivo con diversas relaciones de alimentación y posteriormente se añadió agua desionizada para preparar la concentración final de PVOH modificado al 0,5 %. Se agitó la mezcla durante 10 minutos y se observó y registró el estado de la mezcla (transparente, turbia o precipitada).

Procedimiento de encapsulado para perfume con tensioactivo de mPVOH

Se mezclaron 10,0 mg de perfume (que contenía 0,1 % de azul N de aceite) con 0,1 ml de solución de mPVOH (10,0 %) y se agitó durante 10 minutos. A continuación, se añadió 1,0 ml de solución de tensioactivo (1,0 %) a la mezcla y se agitó la solución resultante durante 10 minutos adicionales. Se observó la solución resultante al microscopio.

Análisis cuantitativo del perfume liberado

Se mezclaron 10,0 mg de perfume (que contenía 0,1 % de azul N de aceite) con 0,1 ml de solución de mPVOH (10,0 %) y se agitó durante 10 minutos. A continuación, se añadió 1,0 ml de solución de tensioactivo (1,0 %) a la mezcla y se agitó la solución resultante durante 10 minutos adicionales. Se añadieron 5,0 ml de n-heptano a la mezcla y se agitó la solución resultante a 300 rpm durante 60 minutos adicionales. Se registró la cantidad de perfume en la fase de n-heptano a 637 nm (pico de absorbancia para azul N de aceite) por medio de espectroscopia UV-Vis para calcular la cantidad de perfume liberado antes de la dilución. Para el experimento para calcular la cantidad de perfume liberado con una dilución de 10 o 100 veces, se diluyó la mezcla de perfume, mPVOH y tensioactivo 10 a 100 veces antes de añadir n-heptano con un volumen de 5 veces de la mezcla al extracto de perfume liberado.

Ejemplo 1: Síntesis de PVOH modificado de forma aniónica**Tabla 2:**

Grado de modificación de PVOH con ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio		
ID de muestra	MD teórico de ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio^e	MD experimental de ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio^f
P061115B^a	5,0 %	5,0 %
P061212A^a	15,5 %	15,5 %
P061127A^a	18,3 %	17,2 %
P061127B^a	24,8 %	22,9 %
P061116A^b	5,3 %	5,3 %
P061128A^b	11,9 %	11,9 %
P061204B^b	14,1 %	13,8 %
P060927B^c	8,7 %	8,7 %
P061129A^c	12,4 %	11,9 %
P061114A^d	6,2 %	6,2 %
P061129B^d	12,1 %	11,4 %

(continuación)

Grado de modificación de PVOH con ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio		
ID de muestra	MD teórico de ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio ^e	MD experimental de ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio ^f
Notas: a. PM de PVOH es 6000 con un intervalo de hidrólisis de 98 %; b. PM de PVOH es 19500 con un intervalo de hidrólisis de 98 %; c. PM de PVOH es 28000 con un intervalo de hidrólisis de 98 %; d. PM de PVOH es 42000 con un intervalo de hidrólisis de 98 %; e. Se calculó el MD teórico a partir de la cantidad de alimentación; f. Se calculó el MD experimental a partir del espectro de ¹ H RMN.		

Tabla 3: Grado de modificación de PVOH con butiraldehído

ID de muestra	MD teórico de butiraldehído ^c	MD experimental de butiraldehído ^c
P061204A-1 ^a	4,5 %	4,5 %
P061204A-2 ^a	13,7 %	13,7 %
P061204A-3 ^a	18,6 %	18,1 %
P061204A-4 ^a	40,0 %	38,7 %
P061204B-1 ^b	3,9 %	3,9 %
P061204B-2 ^b	13,7 %	13,4 %
P061204B-3 ^b	18,3 %	17,6 %
P061204B-4 ^b	34,6 %	33,2 %
Notas: a. PM de PVOH es 6000 con un intervalo de hidrólisis de 98 % y un grado de modificación de sal de sodio de ácido 2-benzaldehído solfónico, de 15,4 %; b. PM de PVOH es 19500 con un intervalo de hidrólisis de 98 % y un grado de modificación de sal de sodio de ácido 2-benzaldehído solfónico, de 13,8 %; c. Se calculó el MD experimental a partir de la cantidad de alimentación; d. Se calculó el MD experimental a partir del espectro de ¹ H RMN.		

5 Tras buscar el MD máximo de los dos reactivos de modificación, se llevaron a cabo una serie de reacciones de modificación para diversos PVOH que poseían pesos moleculares diferentes y/o diferentes grados de hidrólisis y los resultados se recogen en la Tabla 4. Todos los MD de estas muestras se controlaron con precaución dentro del MD máximo de ambos reactivos de modificación.

Tabla 4: Grado de modificación de derivados de PVOH modificados por vía aniónica

ID de muestra	PM de PVOH	Intervalo de hidrólisis de PVOH	MD de butiraldehído	MD de ácido 2-benzaldehído solfónico, sal de sodio
P061121A	6000	98 %	--	5,4 %
P061212B	6000	98 %	--	9,0 %
P061121B	6000	98 %	--	11,6 %
P061204A	6000	98 %	--	15,4 %
P061115A	6000	98 %	9,9 %	5,2 %
P061120A	6000	98 %	13,8 %	8,1 %
P061123B	6000	98 %	10,8 %	8,4 %
P061120B	6000	98 %	19,2 %	11,2 %
P061108B	19500	98 %	10,0 %	5,4 %
P061116B	19500	88 %	--	5,3 %
P061112A	19500	88 %	9,9 %	4,6 %

(continuación)

ID de muestra	PM de PVOH	Intervalo de hidrólisis de PVOH	MD de butiraldehído	MD de ácido 2-benzaldehído sulfónico, sal de sodio
P061108A	28000	98 %	8,6 %	5,0 %
P061112B	42000	98 %	11,5 %	5,2 %
P061114B	42000	88 %	--	6,2 %
P061123A	42000	88 %	11,1 %	5,8 %

Nota: Se calculó el grado de modificación a partir del espectro de ^1H RMN.

Ejemplo 2: Encapsulado de perfume por medio de mPVOH y tensioactivo catiónico

El PVOH aniónicamente modificado fue un polímero anfífilo con segmento de sal de sodio (que también es aniónica) de ácido 2-benzaldehído sulfónico hidrófilo, y cadena principal de PVOH hidrófobo y segmento de butiraldehído (si se usó butiraldehído también como reactivo de modificación). Cuando se mezcló el perfume hidrófobo con mPVOH en solución acuosa, el mPVOH se adsorbe sobre la interfaz del perfume/agua de forma espontánea.

Se ha llevado a cabo el encapsulado del perfume por medio de la adición de una solución de mPVOH y CTAC de forma sucesiva a la mezcla de perfume/agua bajo agitación. Se observó la solución resultante al microscopio. Se podría encontrar que el perfume se encuentra encapsulado y el tamaño medio de la gota es de aproximadamente 10 micrómetros.

El encapsulado del perfume también se lleva a cabo con mPVOH y formulación de acondicionador de tejido Comfort™ comercialmente disponible en lugar de mPVOH y CTAC.

Ejemplo 3: Validación de liberación de perfume activada por tensioactivo catiónico

En el experimento, se usó n-heptano para extraer el perfume liberado y se midió cuantitativamente su cantidad por medio de espectroscopia UV-Vis. Antes de la dilución, se puede extraer una pequeña cantidad de perfume, lo que significa que la cubierta formada por el complejo de mPVOH y CTAC puede proteger el perfume encapsulado bien y evitar la fuga. Tras la dilución, se extrae más y más perfume. Tras una dilución de 100 veces, se extrae la mayor parte del perfume encapsulado.

El resultado muestra que la concentración de tensioactivo catiónico se podría usar para activar la liberación del perfume a partir del complejo mPVOH-tensioactivo. En comparación con el resultado del experimento de extracción del perfume mezclado con CTAC únicamente, se puede encontrar que resulta más sencillo extraer el perfume encapsulado por CTAC que el encapsulado por el complejo mPVOH-CTAC con n-heptano como disolvente de extracción. El resultado también mostró que el complejo mPVOH-CTAC fue más compacto que la micela CTAC para el encapsulado de perfume y el perfume de la cubierta del complejo mPVOH-CTAC presentó mayor estabilidad.

Tabla 5: Liberación de perfume activado por tensioactivo catiónico

Código de muestra	N.º veces de dilución	Porcentaje de liberación de perfume (%)
P061204A-3 (véase ejemplo 1)	sin dilución	1,8
	10	5,0
	100	88,4
P061204B-2 (véase ejemplo 1)	sin dilución	0,3
	10	3,8
	100	87,2
CTAC	sin dilución	98,2

Ejemplo 4: Síntesis de PVOH modificación por vía catiónica

Se llevaron a cabo una serie de reacciones de modificación para diversos PVOH que tenían pesos moleculares diferentes y/o grados de hidrólisis diferentes y los resultados se recogen en las Tablas 6 y 7. La Tabla 6 muestra el resultado de modificación catiónica de los derivados de PVOH. La Tabla 7 muestra el resultado de modificación de los derivados de PVOH con reactivos tanto catiónicos como hidrófobos.

Tabla 6 - Grado de modificación de derivados de PVOH catiónicamente modificados

ID de muestra	PM de PVOH	Intervalo de hidrólisis de PVOH	MD de 4-aminobutiraldehído dimetil acetal
P070328A	19500	98 %	4,9 %
P070411B	19500	98 %	7,1 %
P070328B	19500	98 %	8,4 %
P070411A	19500	98 %	10,3 %
P070308A	19500	98 %	10,6 %
P070416A	19500	98 %	13,3 %
P070416B	19500	98 %	20,5 %
P070423A	19500	88 %	15,3 %
P070423B	19500	88 %	16,3 %
P070327A	28000	98 %	4,3 %
P070327B	28000	98 %	6,3 %
P070403A	28000	98 %	6,5 %
P070319B	28000	98 %	6,6 %
P070319A	28000	98 %	7,0 %
P070308B	28000	98 %	12,5 %
P070313A	28000	98 %	13,6 %
P070403B	28000	98 %	14,4 %
P070405A	28000	98 %	16,3 %
P070405B	28000	98 %	21,6 %
P070329A	42000	98 %	3,5 %
P070329B	42000	98 %	7,1 %
P070402A	42000	98 %	9,3 %
P070402B	42000	98 %	10,0 %
Nota: Se calculó el grado de modificación a partir del espectro de ¹ H RMN.			

Tabla 7 - Grado de modificación de derivados de PVOH catiónica e hidrofóbicamente modificados

ID de muestra	PM de PVOH	Intervalo de hidrólisis de PVOH	MD de 4-aminobutiraldehído dimetil acetal	MD de butiraldehído
P070312A	19500	98 %	20,0 %	11,4 %
P070313B	28000	98 %	8,8 %	13,1 %
P070312B	28000	98 %	22,5 %	15,0 %
P070515A	28000	98 %	10,1 %	26,9 %
P070515B	28000	98 %	14,7 %	27,2 %
P070515B-2	28000	98 %	14,1 %	20,5 %
P070516A	28000	98 %	11,5 %	26,7 %
P070516A-1	28000	98 %	17,6 %	23,6 %

(continuación)

ID de muestra	PM de PVOH	Intervalo de hidrólisis de PVOH	MD de 4-aminobutiraldehído dimetil acetal	MD de butiraldehído
Nota: Se calculó el grado de modificación a partir del espectro de ^1H RMN.				

Ejemplo 5: Interacción entre PVOH catiónicamente modificado y tensioactivo catiónico

Se ha estudiado la interacción entre PVOH y catiónicamente modificado y LAS. La principal fuerza de atracción entre ellos es la fuerza electrostática. Se usaron las muestras de PVOH modificado mPVOH) con diferentes grado de modificación en el estudio. Los resultados se muestran en las Tablas 8, 9 y 1

5

Tabla 8: Interacción entre mPVOH (6-98) y LAS. PM de PVOH es 19500, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH es de 5 g/l.

ID de muestra	P070328A		P070411B		P070411A	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	un poco turbia	0,24	casi transparente
	0,48	transparente	0,48	turbia	0,48	turbia
	0,72	transparente	0,72	turbia	0,72	turbia
	0,96	transparente	0,96	turbia	0,96	turbia
	1,21	transparente	1,21	precipitado	1,21	turbia
	2,41	transparente	2,41	turbia	2,41	un poco turbia
	3,62	transparente	3,62	un poco turbia	3,62	casi transparente
	4,82	transparente	4,82	casi transparente	4,82	transparente

Tabla 8 Continuación						
ID de muestra	P070308A		P070416A		P070416B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Concentración de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	un poco turbia	0,48	transparente
	0,72	un poco turbia	0,72	un poco turbia	0,72	transparente
	0,96	turbia	0,96	turbia	0,96	turbia
	1,21	transparente	1,21	precipitado	1,21	turbia
	2,41	transparente	2,41	precipitado	2,41	turbia
	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

Tabla 9: Interacción entre mPVOH (10-98) y LAS. PM de PVOH es 28000, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH es de 5 g/l.

ID de muestra	P070327A		P070327B		P070403A		P070403B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	casi transparente	0,48	transparente	0,48	transparente
	0,72	transparente	0,72	turbia	0,72	precipitado	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	turbia	0,96	precipitado	0,96	casi transparente
	1,21	transparente	1,21	precipitado	1,21	precipitado	1,21	turbia
	2,41	transparente	2,41	precipitado	2,41	transparente	2,41	precipitado
	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	precipitado
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

Tabla 9 Continuación								
ID de muestra	P070405A		P070405B		P070313A		P070319A	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,862	casi transparente	0,337	transparente
	0,48	transparente	0,48	transparente	1,723	precipitado	0,674	un poco turbia
	0,72	transparente	0,72	transparente	2,585	precipitado	1,011	un poco turbia
	0,96	casi transparente	0,96	casi transparente	3,446	transparente	1,348	un poco turbia
	1,21	turbia	1,21	un poco turbia	4,308	transparente	1,685	precipitado
	2,41	precipitado	2,41	turbia	6,46	transparente	3,369	transparente
	3,62	precipitado	3,62	precipitado	8,615	transparente	5,054	transparente
	4,82	transparente	4,82	transparente	--	--	--	--

Tabla 10: Interacción entre mPVOH (20-98) y LAS. PM de PVOH es 42000, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH es de 5 g/l.

ID de muestra	P070329A		P070329B		P070402A		P070402B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	casi transparente	0,48	transparente	0,48	turbia
	0,72	transparente	0,72	turbia	0,72	turbia	0,72	turbia
	0,96	transparente	0,96	precipitado	0,96	precipitado	0,96	precipitado
	1,21	transparente	1,21	precipitado	1,21	precipitado	1,21	precipitado
	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	turbia
	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	un poco turbia
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	casi transparente

A partir de las Tabla 8, 9 y 10, se podría encontrar que los mPVOHs con grado de modificación menor de 5 % no presentaron una interacción fuerte con LAS, la mezcla fue transparente en todas las concentraciones. Cuando aumentó el grado de modificación, la interacción entre mPVOH y LAS se hizo fuerte, la mezcla se volvió turbia, incluso presentó precipitado en algunas concentraciones. El intervalo de precipitado de mPVOH con grado de modificación elevado y LAS se mueve hacia una concentración más elevada de LAS. Además, parece que el peso molecular o el intervalo de hidrólisis de PVOH muestran menor influencia en la interacción entre mPVOH y LAS.

Ejemplo 6: Interacción entre PVOH catiónicamente modificado y el tensioactivo mixto

También se investigó la interacción entre el PVOH catiónicamente modificado y el tensioactivo mixto. El tensioactivo mixto consistió en un tensioactivo aniónico (LAS, 50 %) y un tensioactivo no iónico (A7, 50 %). A7 es un tipo de poli(éter de oxiétileno) de alcohol graso, que se usa comúnmente en los productos. Se usaron las muestras de PVOH modificado mPVOH) con diferentes grado de modificación en el estudio. Los resultados se muestran en las Tablas 11, 12 y 13.

Tabla 11 - Interacción entre mPVOH (6-98) y LAS&A7. PM de PVOH es 19500, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH: 5g/l.

ID de muestra	P070328A		P070411B		P070328B		P070411A	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	Transparente
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente
	1,21	transparente	1,21	casi transparente	1,21	transparente	1,21	transparente
	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	transparente
	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

Tabla 11 Continuación

ID de muestra	P070308A		P070416A		P070416B		-
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	

Tabla 11 Continuación						
ID de muestra	P070308A		P070416A		P070416B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente
	1,21	transparente	1,21	transparente	1,21	transparente
	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	transparente
	3,62	un poco turbia	3,62	transparente	3,62	transparente
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

Tabla 12 Interacción entre mPVOH (10-98) y LAS&A7. PM de PVOH es 28000, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH es de 5 g/l.

ID de muestra	P070327A		P070327B		P070403A		P070319A	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la Mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la Mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	Transparente
	0,96	turbia	0,96	casi transparente	0,96	casi transparente	0,96	transparente
	1,21	turbia	1,21	turbia	1,21	transparente	1,21	turbia
	2,41	transparente	2,41	turbia	2,41	transparente	2,41	turbia
	3,62	transparente	3,62	casi transparente	3,62	transparente	3,62	turbia
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

Tabla 12 Continuación								
ID de muestra	P070308B		P070403B		P070405A		P070405B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente
	1,21	transparente	1,21	transparente	1,21	transparente	1,21	transparente
	2,41	turbia	2,41	turbia	2,41	turbia	2,41	casi transparente
	3,62	un poco turbia	3,62	precipitado	3,62	precipitado	3,62	turbia
	4,82	transparente	4,82	precipitado	4,82	precipitado	4,82	precipitado
	--	--	--	--	6,03	precipitado	6,03	precipitado
	--	--	--	--	7,24	precipitado	7,24	precipitado
	--	--	--	--	8,44	precipitado	8,44	precipitado
	--	--	--	--	9,65	un poco turbia	9,65	precipitado
	--	--	--	--	10,86	transparente	10,86	transparente

Tabla 13 Interacción entre mPVOH (20-98) y LAS&A7. PM de PVOH es 42000, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal únicamente, concentración de mPVOH es 5 g/l

ID de muestra	P070329A		P070329B		P070402A		P070402B	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente	0,96	transparente
	1,21	transparente	1,21	un poco turbia	1,21	transparente	1,21	transparente
	2,41	transparente	2,41	transparente	2,41	precipitado	2,41	un poco turbia
	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	transparente	3,62	casi transparente
	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente	4,82	transparente

- 5 En las Tablas 11, 12 y 13, se podría encontrar que los mPVOH con grado de modificación menor de 5 % no presentaron una interacción fuerte con LAS&A7, la mezcla fue transparente en todas las concentraciones. Cuando aumentó el grado de modificación, la interacción entre mPVOH y LAS se volvió más fuerte, la mezcla se volvió turbia, incluso presentó precipitado en algunas concentraciones. El intervalo de turbidez de mPVOH con grado de

modificación elevado y tensioactivo mixto se mueve hacia una concentración más elevada de LAS&A7.

Con el fin de aumentar la interacción entre mPVOH y el tensioactivo mixto, se usaron muestras de PVOH modificado con elevado grado de modificación tanto en la cadena lateral catiónica como en la cadena lateral hidrófoba, para el mismo experimento. Los resultados se muestran en la Tabla 14. A partir de la Tabla 14, se podría encontrar que los mPVOHs con modificación tanto en la cadena lateral catiónica como en la cadena lateral aniónica tienen una interacción fuerte con LAS&A7. Se expande el intervalo de precipitado. De esta forma, se podría concluir que la introducción de la cadena lateral hidrófoba podría aumentar la interacción entre mPVOH y el tensioactivo.

Tabla 14 - Interacción entre PVOH catiónica e hidrófobamente modificado y LAS&A7. PM de PVOH es 28000, el intervalo de hidrólisis es de 98 %, modificación con 4-aminobutiraldehído dimetil acetal y butiraldehído, concentración de mPVOH es de 5 g/l.

ID de muestra	P070515B		P070515B-2		P070516A		P070516A-1	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente	0,24	transparente
	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente	0,48	transparente
	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente	0,72	transparente
	0,96	transparente	0,96	precipitado	0,96	transparente	0,96	transparente
	1,21	precipitado	1,21	precipitado	1,21	transparente	1,21	precipitado
	2,41	precipitado	2,41	precipitado	2,41	precipitado	2,41	precipitado
	3,62	precipitado	3,62	precipitado	3,62	precipitado	3,62	precipitado
	4,82	precipitado	4,82	precipitado	4,82	precipitado	4,82	precipitado
	6,03	precipitado	6,03	precipitado	6,03	precipitado	6,03	precipitado

(continuación)

ID de muestra	P070515B		P070515B-2		P070516A		P070516A-1	
Interacción entre la muestra y el tensioactivo	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla	Conc. de LAS (g/l)	Estado de la mezcla
	7,24	precipitado	7,24	precipitado	7,24	precipitado	7,24	Precipitado
	8,44	precipitado	8,44	precipitado	8,44	precipitado	8,44	precipitado
	9,65	precipitado	9,65	precipitado	9,65	precipitado	9,65	precipitado
	10,86	transparente	10,86	precipitado	10,86	transparente	10,86	precipitado
	12,06	transparente	12,06	precipitado	12,06	transparente	12,06	precipitado
	13,27	transparente	13,27	precipitado	13,27	transparente	13,27	precipitado
	14,47	transparente	14,47	precipitado	14,47	transparente	14,47	precipitado
	--	--	15,68	transparente	--	--	15,68	transparente

Ejemplo 7: Encapsulado de perfume por mPVOH y tensioactivo aniónico

También se ha llevado a cabo el encapsulado del perfume con mPVOH y LAS. Se observó la solución resultante al microscopio y se pudo encontrar que el perfume está encapsulado y el tamaño medio de gota es de aproximadamente 7 micrómetros.

Ejemplo 8: Validación de liberación de perfume activada por tensioactivo aniónico

Se validó el concepto de liberación de perfume activado por tensioactivo aniónico. En estos experimentos, se usó n-heptano para extraer el perfume liberado y su cantidad se midió cuantitativamente por medio de espectroscopia UV-Vis (Tabla 15). Antes de la dilución, se pudo extraer una pequeña cantidad de perfume. Esto significa que el complejo mPVOH-LAS puede proteger bien el perfume encapsulado y evitar su fuga. Tras la dilución, se extrae más y más perfume. Con una dilución de 100 veces, se extrae la mayor parte del perfume encapsulado. El resultado muestra que la concentración de tensioactivo catiónico se podría usar para activar la liberación del perfume a partir del complejo mPVOH-tensioactivo.

Tabla 15 - Liberación de perfume activada por tensioactivo aniónico

Código de muestra	N.º veces de dilución	Porcentaje de liberación de perfume (%)
P070516A-1 (véase tabla 7)	sin dilución	7,7
	10	49,1
	100	98,3

REIVINDICACIONES

1. Una composición líquida de tratamiento de tejido que comprende bien un tensioactivo detergente aniónico o bien un tensioactivo catiónico que es una sustancia activa de suavizante y acondicionadora, y:

una partícula, que tiene un diámetro menor de 2 mm que comprende:

- 5 a) un núcleo central de un agente de mejora, y
b) rodeando el núcleo central, una cubierta de un material polimérico formador de película soluble en agua (como se define en la presente memoria), que es un poli(alcohol vinílico):
- 10 i) modificado con un grupo de derivatización cargado, en el que el material parental a partir del cual se obtiene el grupo de derivatización cargado es un acetal o un aldehído, y el grupo de derivatización cargado comprende al menos 0,1 % en peso, basado en el peso total del polímero y
- 15 ii) opcionalmente, modificado con un segundo grupo de derivatización hidrófobo que procede de un material parental que tiene ClogP, calculado de acuerdo con el procedimiento mencionado en la descripción, mayor de 0,5,
en el que la película permanece intacta en presencia de un tensioactivo, y se desintegra cuando al concentración del tensioactivo se reduce a una concentración menor de 1 g/l, liberando de este modo el agente de mejora.

2. Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha partícula tiene un diámetro menor de 1 mm, preferentemente menor de 100 micrómetros, más preferentemente menor de 50 micrómetros.

20 3. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior en la que el polímero modificado procede de poli(alcohol vinílico) con un intervalo de hidrólisis de 60-99 %.

4. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en la que el polímero modificado procede de un poli(alcohol vinílico) y tiene un grado medio de saponificación dentro del intervalo de 70 a 99 %.

25 5. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior en la que el polímero modificado procede de poli(alcohol vinílico) y tiene una viscosidad en forma de solución al 7 % dentro del intervalo de 100 a 5000 mPa.s a temperatura ambiente medido a una velocidad de deformación en cizalla de 20s⁻¹.

6. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en la que el material de derivatización cargado está presente en el polímero de forma que la relación en número de los grupos del derivado con respecto a pares de hidroxilo libres en la cadena principal del polímero es de 1:1 a 1:30.

30 7. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en la que el polímero está modificado con un grupo de derivatización hidrófobo que procede de un material parental que tiene un valor de ClogP mayor de 0,5.

8. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en la que el grupo de derivatización hidrófobo está basado en un grupo parental seleccionado entre el grupo que consiste en acetales, cetales, ésteres, compuestos orgánicos fluorados, éteres, alcanos, alquenos, compuestos aromáticos.

35 9. Una composición de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en la que el grupo parental para el grupo de derivatización hidrófobo está seleccionado entre el grupo que comprende: butiraldehído, octil aldehído, dodecil aldehído, 2-etil hexanal, ciclohexano carboxi-aldehído, citral, propionaldehído, (2-metoxietoxi) acetaldehído dimetilacetato y benzaldehído.

10. Una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en la que el material parental para el material de derivatización cargado se selecciona entre:

- 40 a) el grupo que consiste en:
- ácido 2-benzaldehído sulfónico (4-nitro benciloxi)benzaldehído,
2-carboxibenzaldehído,
4-nitrocinnamalaldehído,
2-nitro-benzaldehído,
45 4-cloro-3-nitrobenzalaldehído,
3-nitrobenzalaldehído,
2-hidroxi-3-metoxi-5-nitrobenzalaldehído,
6-nitroveratralaldehído,
4-carboxibenzaldehído,
50 2,4-dinitro-benzaldehído,
4-metoxi-3-nitrobenzalaldehído,
4-hidroxi-3-nitrobenzalaldehído,
diacetato de 5-nitro-2-furalaldehído,

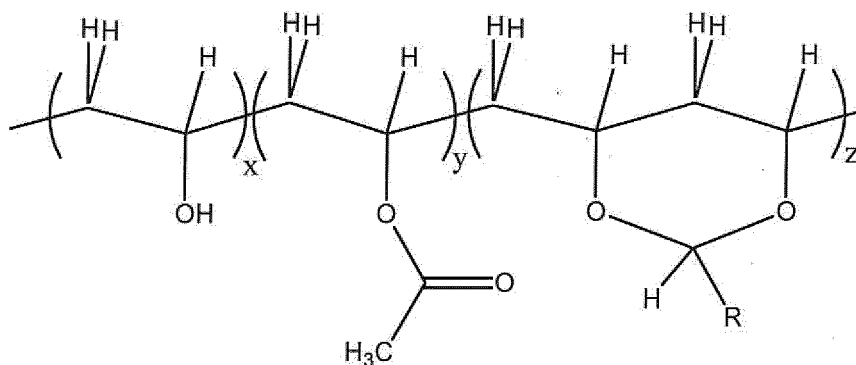
3,5-dinitrosalicilaldehído,
 3-carboxibenzaldehído,
 3-nitro-4-(1-pirrolidino)benzaldehído,
 2-hidoxi-3-nitrobenzaldehído,
 5
 piridin-2-carboxaldehído 4-nitrofenilhidrazona,
 1-(dimetilaminometil) ciclopentanecarboxaldehído,
 5-benciloxiindol-3-carboxaldehído,
 5-nitrotiofen-2-carboxaldehído,
 3-bromo-2-hidoxi-5-nitrobenzaldehído,
 10
 2-nitrothiofen-4-carboxaldehído,
 5-hidoxi-2-nitrobenzaldehído,
 4-metil-3-nitrobenzaldehído,
 1-(2-nitrobencil)pirrol-2-carboxaldehído,
 2-carboxi-3,4-dimetoxibenzaldehído,
 15
 2-fluoro-5-nitrobenzaldehído,
 5-metoxi-1-metil-4-nitroindol-3-carboxaldehído,
 5-fluoro-2-nitrobenzaldehído y mezclas de los mismos, o,

b) el grupo que consiste en:

4-aminobutiraldehído dimetil acetal aminoacetaldehído dietil acetal,
 20
 anilinoacetaldehído dietil acetal,
 N,N-dimetilformamida dimetil acetal,
 N-bencilaminoacetaldehído dietil acetal,
 aminoacetaldehído dimetil acetal,
 piridin-4-carboxaldehído,
 25
 1-metilpirrol-2-carboxaldehído,
 piridin-2-carboxaldehído,
 4-dimetilaminobenzaldehído,
 4-dietilaminobenzaldehído,
 pirrol-2-carboxaldehído,
 30
 2-clarobenzaldehído tiosemicarbazona,
 piridin-3-carboxaldehído,
 indol-3-carboxaldehído,
 3,5-dinitrosalicilaldehído,
 2-fenilindol-3-carboxaldehído,
 35
 4-dimetilamino-cinnamaldehído,
 4-dimetilaminobutiraldehído dietil acetal,
 5-cloroindol-3-carboxaldehído,
 indol-5-carboxaldehído,
 1-metilbencimidazol-2-carboxaldehído,
 40
 2-(2,2,2-trimetilacetamido)piridin-3-carboxaldehído,
 2-amino-5-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 3-aminopiridin-4-carboxaldehído,
 4-aminopiridin-3-carboxaldehído,
 4-amino-5-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 45
 2-cloro-4-yodopiridin-3-carboxaldehído,
 5-bromo-2-metoxipiridin-3-carboxaldehído,
 2-metoxipiridin-3-carboxaldehído,
 2-etoxipiridin-3-carboxaldehído,
 2-isopropoxipiridin-3-carboxaldehído,
 50
 2-(ciclopropilmetoxi) piridin-3-carboxaldehído,
 2-cloropiridin-4-carboxaldehído,
 2-n-propoxipiridin-3-carboxaldehído,
 2-ciclopentiloxipiridin-3-carboxaldehído,
 2-(2,2,2-trifluoroetoxi)piridin-3-carboxaldehído,
 55
 6-(1-pirrolidino)piridin-3-carboxaldehído,
 6-(1-piperidino)piridin-3-carboxaldehído,
 6-ciclopentil-oxipiridin-3-carboxaldehído,
 6-ciclohexiloxipiridin-3-carboxaldehído,
 5-bromopiridin-2-carboxaldehído,
 60
 2-(3-dimetilaminopropoxi)benzaldehído,
 1,3,5-trimetil-1H-piazol-4-carbox-aldehído,
 5-benciloxi-6-azaindol-3-carboxaldehído,
 3-(p-tolil)-1H-pirazol-4-carboxaldehído,
 N-metilaminoacetaldehído dimetil acetal,

- 5 dimetilaminoacetaldehído dietil acetal,
4-dietilaminosalicilaldehído,
4-aminobutiraldehído dietil acetal,
2-amino-5-clorobenzaldehído,
2-bromopiridin-4-carboxaldehído,
2-aminopiridin-3-carboxaldehído,
4-dimetilaminobenzaldehído y mezclas de los mismos.

11. Una composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en la que el material formador de película, polimérico y soluble en agua tiene la fórmula:



10 en la que la relación media en número de z con respecto a x está dentro del intervalo de 1:200 a 1:6, más preferentemente entre 1:100 a 1:8, lo más preferentemente de 1:50 a 1:12, por ejemplo de 9:30 a 1:14, y es el acetato residual que permanece a partir de la hidrólisis del compuesto parental, que está preferentemente dentro del intervalo de 1-20 %, más preferentemente 1-10 %, lo más preferentemente 1-5 %, y R es un grupo de derivatización cargado o hidrófobo, preferentemente derivado de un grupo alquilo o alquénilo que tiene de 3 a 22 átomos de carbono.

15