

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 654 614**

51 Int. Cl.:

**C08F 2/32**

(2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.04.2013** **PCT/EP2013/058874**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.11.2013** **WO13174622**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.04.2013** **E 13719540 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.10.2017** **EP 2852622**

54 Título: **Dispersión inversa que comprende un polímero catiónico y un agente de estabilización**

30 Prioridad:

**21.05.2012 EP 12168760**

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

**14.02.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**LEYRER, REINHOLD J.;**  
**BENLAHMAR, OUIDAD;**  
**BOYKO, VOLODYMYR;**  
**MIKHAEL, JULES;**  
**HUELSKOETTER, FRANK;**  
**SIVIK, MARK ROBERT;**  
**HODGDON, TRAVIS KYLE y**  
**SHI, JICHUN**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 654 614 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

Dispersión inversa que comprende un polímero catiónico y un agente de estabilización

La presente invención se refiere a una dispersión inversa que comprende por lo menos un polímero catiónico y por lo menos un agente de estabilización, en el que el agente de estabilización tiene una o más cadenas hidrófobas con más de 50 átomos de carbono. El polímero se puede obtener al polimerizar por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico. Adicionalmente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de la dispersión inversa mediante polimerización de emulsión inversa.

El documento WO03/102043 describe una formulación acuosa que comprende un polímero catiónico que tiene: a) un monómero insaturado etilénicamente soluble en agua o mezcla de monómeros que comprende por lo menos un monómero catiónico; b) por lo menos un agente de entrecruzamiento en una cantidad de más de 50 ppm en peso de un componente a); c) y por lo menos un agente de transferencia de cadena. Las formulaciones acuosas se pueden utilizar como espesantes en formulaciones de cuidado doméstico.

El documento EP 1 756 168 divulga micropartículas esféricas de polímeros acrílicos hidrófilos, ya sean aniónicos o catiónicos en carga, que tienen un tamaño de partícula típico en el rango de 0,1-2 micrómetros, con un tamaño de partícula promedio en el rango de 0,5-1 micrómetros. Las micropartículas poliméricas se fabrican preferiblemente mediante procedimientos en los que los monómeros de adición de vinilo solubles en agua se polimerizan utilizando una ruta de polimerización de agua en aceite. En agitación de cualquiera de los polímeros de dispersión líquidos anteriores en un sistema acuoso, el surfactante activador convierte el portador hidrófobo en una emulsión aceite en agua. El término "surfactante activador" significa un surfactante que activa la conversión del portador hidrófobo en una emulsión aceite en agua. Al mismo tiempo, el polímero hidrófilo se expande en exposición al agua, pero no se disuelve, lo que resulta en un aumento de viscosidad rápida y suave. Normalmente las partículas de polímero se hinchan para dar un sistema espesante de micropartículas que comprende partículas de polímero que tienen un tamaño de partícula típico en el rango de 2,5-5 micrómetros de diámetro. En razón a que las moléculas de agua se mueven dentro de las partículas de polímero pequeñas mediante ósmosis, el efecto osmótico experimentado por la partícula del polímero es un balance entre agua y cualquier electrólito presente en el sistema. Por lo tanto, los altos niveles de electrólitos reducen el hinchamiento de las partículas del polímero.

El documento WO 2009/019225 trata sobre una dispersión acuosa de un copolímero soluble alcalino, dicha dispersión es adecuada como un espesante asociativo. El copolímero comprende unidades polimerizadas de a) por lo menos un ácido carboxílico etilénicamente insaturado, b) por lo menos un monómero surfactante etilénicamente insaturado no iónico, c) por lo menos un metacrilato alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub> y d) por lo menos un alquil C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>- acrilato, en el que la longitud de la cadena alquilo se promedia sobre el número de grupos alquilo del acrilato alquilo es 2,1 a 4,0. Los espesantes asociativos se pueden preparar mediante polimerización de emulsión y son adecuados para uso en composiciones de limpieza y lavado.

El documento WO 2010/078959 se refiere a espesantes de polímeros catiónicos que consisten de un polímero catiónico hinchable en agua entrecruzado que comprende por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente monómeros aniónicos o no iónicos, dicho polímero comprende menos de 25 % de cadenas de polímeros solubles en agua, basados en el peso total del polímero. El polímero también comprende un entrecruzador en una concentración de 500 a 5.000 ppm con relación al polímero. El polímero catiónico se prepara mediante polimerización de emulsión inversa.

El documento WO 2010/079100 divulga composiciones de suavizante del tejido que comprenden polímeros de acuerdo con el documento WO 2010/078959.

El documento US 2008/0312343 se refiere a composiciones de látex inversas y al uso de las mismas como un espesante y/o emulsionante, por ejemplo, para la producción de formulaciones farmacéuticas o cosméticos. Las composiciones de látex inversas comprenden por lo menos 50 a 80 % en peso de por lo menos un polímero (P) orgánico lineal, ramificado o entrecruzado, por lo menos 5 a 10 % en peso de un sistema emulsificante del tipo agua en aceite, 5 a 45 % en peso de por lo menos un aceite y hasta 5 % de agua. El polímero P comprende monómeros no cargados y opcionalmente monómeros catiónicos o aniónicos. La composición de látex inversa puede comprender opcionalmente hasta 5 % en peso de un sistema de emulsión del tipo aceite en agua. Las composiciones de látex inversas se pueden preparar mediante polimerización de emulsión inversa.

El documento EP-A 172 025 se refiere a una dispersión en una fase líquida continua de un polímero, que se forma mediante polimerización de un monómero etilénicamente insaturado que comprende un grupo hidrófobo de por lo menos ocho átomos de carbono y un monómero etilénicamente insaturado copolimerizable con este. La dispersión es estable y esencialmente anhidra, y comprende por lo menos 40 % en peso del polímero. En la polimerización, los monómeros etilénicamente insaturados, copolimerizables, utilizados, pueden, por ejemplo, ser monómeros aniónicos. La polimerización se puede realizar como una polimerización de emulsión inversa.

El documento EP-A 172 724 se refiere a polímeros que se preparan mediante copolimerización de a) un monómero etilénicamente insaturado que comprende un grupo hidrófobo con por lo menos ocho átomos de carbono y b) monómeros etilénicamente insaturados solubles en agua. Todos los monómeros son solubles como una mezcla en

agua, y el polímero se prepara mediante polimerización de emulsión inversa. Las partículas de polímero tienen un tamaño seco de  $<4 \mu\text{m}$ . Los componentes de monómero b) utilizados pueden ser monómeros aniónicos tal como ácido acrílico en la forma del ácido libre o como una sal soluble en agua, y monómeros aniónicos tal como acrilamida.

- 5 El documento EP-A 172 723 describe un procedimiento para flocular una suspensión utilizando un polímero esencialmente lineal soluble en agua con una "viscosidad intrínseca de un único punto" de  $>3$ . El polímero es un copolímero de dos o más monómeros etilénicamente insaturados que comprenden por lo menos 0,5 % en peso de un monómero, que comprende grupos hidrófobos. El polímero también puede ser un polímero catiónico.

10 El problema que subyace a la presente invención consiste en el suministro de espesantes novedosos y auxiliares de deposición. El objetivo se logra mediante la dispersión inversa de acuerdo con la invención que comprende

i) por lo menos un polímero catiónico que se puede obtener mediante la polimerización de

a) por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico (compuesto A),

b) por lo menos un entrecruzador (compuesto B), en el que la cantidad de entrecruzador es más de 0 % y menos de 0,05 % en peso,

15 c) opcionalmente por lo menos un agente de transferencia de cadena (compuesto C),

(ii) por lo menos un agente de estabilización, en el que el agente de estabilización tiene una o más cadenas hidrófobas con más de 50 átomos de carbono, preferiblemente más de 50 átomos de carbono,

iii) por lo menos una fase aceitosa.

20 Preferiblemente la relación del agente estabilizante con el polímero catiónico se basa en el rango de entre 0,1 % en peso a 20 % en peso incluso más preferiblemente en el rango de entre 1 % en peso a 5 % en peso.

25 Las dispersiones inversas de acuerdo con la invención se caracterizan por que tienen propiedades ventajosas con respecto al bajo contenido de coágulo, alta estabilidad de almacenamiento, deposición, dilución de corte, estabilización y/o a la viscosidad (espesamiento). El bajo coágulo se entiende en la forma que durante el procedimiento de polimerización de emulsión inversa no hay agregación entre las partículas de polimerización dispersas visibles. Después del procedimiento de polimerización el mismo agente de estabilización en adición evita la coalescencia de las partículas de polímero, que se pueden inducir mediante movimiento térmico, movimiento molecular Browniano o aplicación de tensión de corte. Por lo tanto la dispersión inversa tiene una alta estabilidad de almacenamiento incluso en temperaturas elevadas y se puede bombear fácilmente a mayor velocidad sin inducir ningún coágulo visible o incluso cualquier sedimentación de las partículas de polímero en la fase aceitosa continua.

30 Más aún, tienen la ventaja de que alcanza cualquier redispersión requerida muy rápidamente. La deposición se entiende que significa la deposición de los ingredientes activos de, por ejemplo, un suavizante de tejidos o una fibra durante una operación de lavado. Aplicado a la presente invención, esto significa que, por ejemplo, una dispersión inversa de acuerdo con la invención que comprende por lo menos un polímero catiónico (ingrediente activo) está presente en un suavizante de tejido y el suavizante de tejido se utiliza durante o después de la operación de lavado.

35 Las dispersiones inversas de acuerdo con la invención promueven esta deposición del ingrediente activo durante o después de la operación de lavado en una considerable medida.

40 Cuando se evalúa la dilución de corte, es importante que la dispersión inversa, después de ser agregada a la formulación como suavizante de tejido, cuando tiene lugar la inversión de fase de una partícula de polímero hinchada de agua en aceite a aceite en agua o molécula de polímero disuelta, en su estado básico es viscosa y espesa, mientras que se adelgaza con la agitación. La dilución de corte mejorada tiene un efecto positivo en la vida y las propiedades de las bombas durante la producción del suavizante de tejidos acuoso, promueve la dosificación conveniente para el consumidor y promueve el uso libre de residuos del suavizante de tejidos, especialmente en las máquinas de lavado que tienen un dispositivo de dosificación automático. Las dispersiones inversas de acuerdo con la invención mejoran la estabilidad del espesante per se y aquel de la formulación correspondiente. También en la

45 formulación acuosa que contiene el polímero de la invención después de la inversión de fase la sedimentación o formación de crema de vesículas tipo partículas añadidas adicionalmente, diferentes fases de jabón, microcápsulas, laminillas de aluminio u otras partículas se evita efectivamente, independiente de si están dentro del orden de magnitud de nanómetros, micrómetros o milímetros. Más aún, tienen la ventaja de que cualquier redispersión requerida y espesamiento se alcanza muy fácilmente.

50 Las realizaciones de la presente invención en las que los polímeros catiónicos presentes en la dispersión inversa se preparan utilizando poco o ningún entrecruzador se asocian de la misma manera con ventaja. Debido a los componentes relativamente solubles en bastante (agua) del polímero, se reduce el re ensuciamiento durante la operación de lavado. Por consiguiente, el artículo que se va a lavar, incluso después de repetidas operaciones de lavado, tiene fibras limpias que han estado libres efectivamente de partículas de suciedad, de tal manera que no se detecta el color gris. Solamente se observa muy ligeramente, si existe, adhesión o redistribución de

55 partículas/polímeros de tierra en las partículas lavadas, que luego se pueden retirar en el siguiente ciclo de lavado

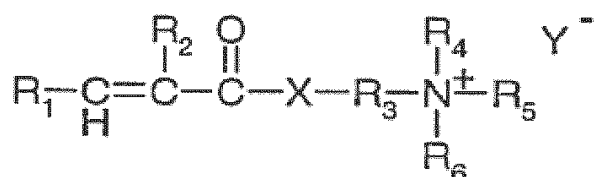
evitando un efecto de acumulación. También en esa fase del procedimiento el agente de estabilización de la invención está evidentemente soportando la estabilización de las partículas sólidas dispersas, especialmente con mayores bloques B hidrófilos.

- 5 Una ventaja adicional de las dispersiones inversas de la invención, en la que se obtiene el polímero catiónico mediante polimerización de emulsión inversa, se manifiesta en formulaciones que contienen surfactantes debido a un alto desempeño de espesamiento y/o dilución de corte marcadas que se alcanza en estas formulaciones incluso en bajas concentraciones de espesante (<1 % en peso).

- 10 La dispersión inversa de la invención comprende, como componente i), por lo menos un polímero catiónico que se puede obtener mediante la polimerización del compuesto A y opcionalmente B y C, como compuesto ii), un agente de estabilización y como compuesto iii) un portador no acuoso.

Compuesto i): Polímero catiónico

El monómero catiónico de acuerdo con el compuesto A se selecciona preferiblemente de un compuesto de la fórmula (I)



(I)

- 15 en la que

R<sub>1</sub> es H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

R<sub>2</sub> es H o metilo,

R<sub>3</sub> es alquileno C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> cada uno son independientemente H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>,

- 20 X es -O- o -NH- y

Y es Cl; Br; I; hidrogensulfonato o metosulfato.

En una realización de la presente invención, se prefiere que, en el monómero catiónico de la fórmula (I),

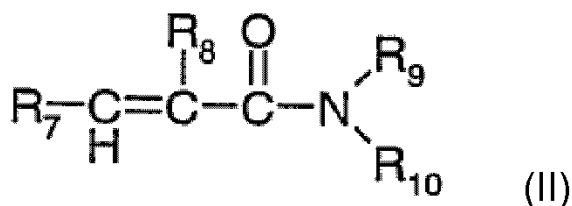
i) R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> cada uno son H o

ii) R<sub>1</sub> es H y R<sub>2</sub> es CH<sub>3</sub> o preferiblemente también H.

- 25 Los monómeros catiónicos particularmente preferidos son cloruro [2-(Acriloiloxi) etil] trimetilamonio también denominado como metocloruro de dimetilaminoetil acrilato (DMA3\*MeCl) o cloruro de trimetil-[2-(2-metilprop-2-enoiloxi)etil] azanio también denominado como metocloruro de dimetilaminoetil metacrilato (DMAEMA\*MeCl).

- 30 El compuesto A puede comprender por lo menos un monómero no iónico. Aparte de los monómeros que contienen nitrógeno descritos adelante, tal como, por ejemplo, los compuestos de acuerdo con la fórmula (II), ésteres de monómeros aniónicos son adecuados como monómeros no iónicos. Dichos monómeros no iónicos son preferiblemente ésteres de metilo o etilo de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico o ácido maleico tal como acrilato de etilo o metilacrilato. Adicionalmente se prefieren los ésteres de dimetilamino sustituidos correspondientes tal como dimetilaminoetil (met) acrilato.

- 35 Preferiblemente, el monómero no iónico de acuerdo con el compuesto A en el polímero catiónico se selecciona de n-vinilpirrolidona, de n-vinilimidazol o un compuesto de acuerdo con la fórmula (II)



en la que

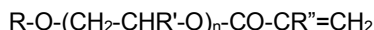
R<sub>7</sub> es H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

R<sub>8</sub> es H o metilo, y

R<sub>9</sub> y R<sub>10</sub>, independientemente el uno del otro, son H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>.

- 5 El monómero no iónico es particularmente preferiblemente acrilamida, metacrilamida o dialquilamino-acrilamida.

El monómero no iónico también puede ser un monómero etilénicamente insaturado asociativo seleccionado de un compuesto de la siguiente fórmula



en la que

- 10 R es alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>50</sub>, preferiblemente alquilo C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub>, especialmente alquilo C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub>,

R' es H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, preferiblemente H,

R'' es H o metilo,

n es un entero de 0 a 100, preferiblemente 3 a 50, especialmente 25.

Estos compuestos pueden ser metacrilatos de etoxilatos de alcoholes grasos.

- 15 El radical R en los compuestos también puede estar presente como una mezcla de radicales con diferentes longitudes de cadena, tal como C<sub>16</sub> y C<sub>18</sub>. Un ejemplo de lo mismo es metacrilato C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-alcohol graso-(etilenglicol)<sub>25</sub>-éter, en el que tanto los radicales de alcoholes grasos C<sub>16</sub> y C<sub>18</sub> (en cantidades no insignificantes) están presentes como una mezcla. En contraste, por ejemplo, metacrilato Behenilo-25 y metacrilato cetil-25, el radical R particular no está presente como una mezcla, pero como una cadena C<sub>22</sub> o C<sub>16</sub>. Solamente ocurren otras  
20 longitudes de cadena en la forma de impurezas. El número "25" en estos compuestos representa el tamaño de las variables n.

La fase acuosa durante la polimerización de emulsión inversa puede comprender de esta manera, por ejemplo, un agente de transferencia de cadena, un entrecruzador, un monómero catiónico y opcionalmente un monómero no cargado, y/o también un monómero asociativo que da interacción hidrófoba, por ejemplo, a través de fuerzas van der  
25 Waals, y opcionalmente componentes adicionales. Los componentes adicionales adecuados son, por ejemplo, agentes formadores de complejos para sales tales como ácido pentasodio dietilentriaminopentaacético, o compuestos que se pueden utilizar para ajustar el pH, tal como ácido cítrico.

- 30 En una realización preferida de la presente invención, el compuesto i), es decir el polímero catiónico se puede obtener mediante la polimerización de por lo menos un monómero catiónico. En una realización preferida de la presente invención, el compuesto i), es decir, el polímero catiónico se puede obtener mediante polimerización de por lo menos un monómero catiónico y de por lo menos un monómero no iónico. Preferiblemente, la relación en peso del monómero catiónico a monómero no iónico radica en el rango de entre 90/10 a 10/90, más preferiblemente la relación de peso de monómero catiónico a monómero no iónico está en el rango de 75/25 a 40/60 e incluso más preferiblemente en el rango de 60/40 a 50/50.

- 35 En la preparación del polímero mediante la polimerización, por lo menos un entrecruzador puede opcionalmente estar presente como un compuesto B. Los entrecruzadores adecuados son conocidos por el experto en la técnica. Preferiblemente, en el polímero, el entrecruzador de acuerdo con el compuesto B se selecciona a partir de divinilbenceno; cloruro de tetraalilamonio; acrilatos alilo; metacrilatos alilo; diacrilatos y dimetacrilatos de glicoles o poliglicoles; butadieno; 1,7-octadieno, alilacrilamidas o alilmetacrilamidas; ácido bisacrilamidoacético; N,N'-metilenobisacrilamida o éteres de poliol polialilo, tal como sacarosa polialilo o pentaeritritol trialil éter. También son  
40 adecuados como entrecruzador preferido cloruro de dialquildimo-tilamonio.

- Adicionalmente, durante la preparación del polímero mediante polimerización, se puede utilizar por lo menos un agente de transferencia de cadena como compuesto C. Los agentes de transferencia de cadena adecuados son conocidos por el experto en la técnica. Los agentes de transferencia de cadena preferidos de acuerdo con el  
45 compuesto C se seleccionan a partir de mercaptano, ácido láctico, ácido fórmico, isopropanol o hipofosfitos.

Preferiblemente, la dispersión inversa de la invención comprende por lo menos un polímero catiónico obtenible mediante polimerización de:

a) 20 a 99,99 % en peso, preferiblemente 95 a 99,95 % en peso (basado en el polímero), o por lo menos un monómero catiónico, y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico,

b) 0 a 0,3 % en peso, preferiblemente de 0,0075 a 0,1 %, incluso más preferiblemente 0,01 a 0,1 % en peso (con base en el polímero), incluso más preferiblemente de 0,05 a 0,1 % en peso de opcionalmente por lo menos un entrecruzador,

5 c) 0 a 3 % en peso, preferiblemente 0,05 a 0,5 % en peso (con base en el polímero), de opcionalmente por lo menos un agente de transferencia de cadena,

en la presencia de un agente estabilizante, en el que el agente estabilizante tiene una o más cadenas hidrófobas con más de 50 átomos de carbono y preferiblemente la relación de agente estabilizante a polímero catiónico se encuentra en el rango de entre 0,1 % en peso a 10 % en peso.

10 En una realización adicional de la presente invención, de 10 % a 100 % en peso basado en el peso total del polímero catiónico se encuentran los polímeros solubles en agua, preferiblemente 25 % a 50 % en peso con base en el peso total del polímero catiónico. Los polímeros solubles en agua del polímero catiónico tienen un coeficiente de sedimentación de entre 0,1 a 100Sved, preferiblemente de entre 1 a 30Sved en medio acuoso. La solubilidad del polímero catiónico se determina mediante procedimientos conocidos por aquellos expertos en la técnica, al mezclar el polímero catiónico presente en el espesante de la invención con una cantidad definida de agua (véase, por ejemplo, documento EP-A 343 840 o preferiblemente el procedimiento de determinación del coeficiente de sedimentación en la unidad de Svedberg (Sved) de acuerdo con P. Schuck, 'Size-distribution analysis of macromolecules by sedimentation velocity ultracentrifugation and Lamm equation modeling', Biophysical Journal 78,(3) (2000), 1606-1619).

20 En una realización preferida adicional de la presente invención, de 0 % a 90 % en peso con base en el peso total del polímero catiónico se entrecruzan los polímeros hinchables con agua, preferiblemente de 50 % a 75 % en peso con base en el peso total del polímero catiónico. Los polímeros hinchables con agua entrecruzados tienen un coeficiente de sedimentación de más de 300Sved, preferiblemente entre 600 y 20.000Sved en medio acuoso.

25 En una realización especialmente preferida de la presente invención, la proporción de entrecruzador (compuesto B) utilizado en la polimerización del polímero catiónico es menor del 1 %, preferiblemente menor de 0,1 % en peso (con base en la cantidad total de compuestos A a C).

Más preferiblemente, no se utiliza entrecruzador en la polimerización del polímero catiónico.

#### Compuesto ii): Agente estabilizante

La dispersión inversa de la invención comprende adicionalmente, como compuesto ii), por lo menos un agente estabilizante. El agente estabilizante tal como se conoce en principio por aquellos expertos en la técnica.

30 Agentes estabilizantes adecuados son preferiblemente surfactantes de emulsificantes poliméricos.

Surfactantes son por ejemplo, surfactantes aniónicos, no iónicos, catiónicos y/o anfotéricos. Se da preferencia a la utilización de surfactantes aniónicos y no iónicos, que se divulgan, por ejemplo, en el documento US2004/0071716 A1.

35 En el estado de la técnica mencionado anteriormente se describen agentes estabilizantes con bajos valores de HLB para estabilizar las partículas de polímero hidrófilo dispersas en la fase continua hidrófoba. Estos agentes tienen una parte hidrófila similar a mono u oligo-glucósido o la parte que contiene ácido de carbono de un polímero y una parte hidrófoba similar, por ejemplo, cadenas alquilo con diferentes longitudes. La parte hidrófila se disuelve en la partícula de polímero hidrófila y la parte hidrófoba se concentra sobre la superficie de la partícula y se disuelve en la fase continua hidrófoba formando una "capa capilar hidrófoba" alrededor de la partícula de polímero catiónico hidrófilo. De esta manera el efecto de estabilización estérica evita la desestabilización y la coagulación de las partículas hidrófilas. El efecto de estabilización es importante tanto durante los procedimientos de polimerización de emulsión inversa que evitan partículas mayores (coágulos) como para la estabilidad de almacenamiento de la dispersión inversa, evitando sedimentación de partículas antes que se utilice en una formulación acuosa. La estabilización estérica también es especialmente efectiva en formulaciones o dispersiones que contienen altos electrolitos.

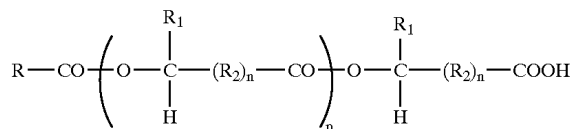
45 De acuerdo con esta invención se ha encontrado ahora que, si el agente estabilizante tiene una o más unidades hidrófobas con más de 30 átomos de carbono por unidad hidrófoba, preferiblemente más de 50 átomos de carbono por unidad hidrófoba, esto resulta en un incremento dramático del efecto estabilizante para las partículas de polímero hidrófilas dispersadas en la fase continua hidrófoba. Dichos átomos de carbono pueden preferiblemente ser parte de los grupos  $\text{CH}_2$  o  $\text{CH}$ (alquilo  $\text{C}_1\text{-C}_8$ ) o  $\text{C}(\text{CH}_3)_2$ . En general, todos los emulsificantes o estabilizantes poliméricos que contienen más de 30 átomos de carbono por unidad hidrófoba, preferiblemente más de 50 átomos de carbono por unidad hidrófoba y menos de 300 átomos de carbono por unidad hidrófoba, preferiblemente menos de 150 átomos de carbono por unidad hidrófoba se reivindican para el propósito de la presente invención. Opcionalmente, en dichas cadenas hidrófobas menos de cada séptimo, preferiblemente menos de cada décimo primer grupo  $\text{CH}_2$  se puede reemplazar por otros átomos como oxígeno, nitrógeno, azufre, fósforo o por grupos similares a carbonato, isocianato, carbamida, ésteres u otros en una cantidad que no interrumpen esencialmente el carácter hidrófobo de la unidad con el fin de obtener bajos valores HLB como se describe adelante. La estructura de

bloque, injerto o combinada se basa preferiblemente en ácido polihidroxiestearico. En la estructura de bloque se prefieren el AB- o especialmente los bloques ABA. En una estructura de bloque ABA el bloque A se basa preferiblemente en ácido polihidroxiestearico y el bloque B en óxido polialquilenos, preferiblemente en óxido de polietileno, incluso más preferiblemente en óxido de polietileno que comprende 15 unidades de óxido de etileno y 30 unidades de óxido de etileno o 75 unidades de óxido de etileno. Agentes estabilizantes preferidos tienen un peso molecular de por lo menos 3.000 g/mol, preferiblemente por lo menos 5.000 g/mol y de a lo sumo 16.000 g/mol, preferiblemente a lo sumo 10.000 g/mol.

Se prefiere adicionalmente en el contexto de la presente invención utilizar un surfactante estabilizante que tiene un valor HLB (balance hidrófilo-lipófilo) bajo (relativamente). El agente estabilizante tiene preferiblemente un valor HLB de 1 a 12, más preferiblemente de 3 a 9 y especialmente preferiblemente de 5 a 7.

La concentración preferida de estos surfactantes estabilizantes de la invención se encuentra entre 0,1 % a 10 % preferiblemente entre 1 % a 5 % relacionado con el polímero.

Los emulsificantes poliméricos son preferiblemente copolímeros de bloque que tienen una fórmula general A-COO-B-OOC-A, en el que B es el residuo divalente de un polialquilenglicol soluble en agua y A es el residuo de un complejo soluble en aceite de ácido monocarboxílico. Dichos emulsificantes poliméricos, así como la preparación de los mismos, se ha divulgado en el documento GB 2002400 y WO9607689. Los emulsificantes, como se describen en el documento GB2002400, son emulsificantes en los que A tiene un peso molecular de por lo menos 500 y es el residuo de un complejo soluble en aceite de ácido monocarboxílico, es decir un ácido graso. Estos complejos de ácidos monocarboxílicos pueden estar representados por la fórmula general:



en la que

R es hidrógeno o un hidrocarburo monovalente o grupo hidrocarburo sustituido;

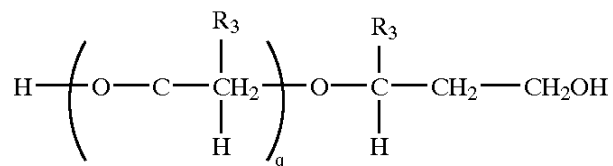
R<sub>1</sub> es hidrógeno o un grupo de hidrocarburo C<sub>1</sub> a C<sub>24</sub> monovalente;

R<sub>2</sub> es un grupo hidrocarburo C<sub>1</sub> a C<sub>24</sub> divalente;

n es cero o 1;

p es un entero de cero a 200.

Las unidades entre paréntesis en la fórmula 1 pueden ser todas iguales o pueden diferir con respecto a R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y n. La cantidad p normalmente tendrá el mismo valor único para todas las moléculas del ácido complejo, pero serán distribuidas estadísticamente alrededor de un valor promedio que se ubica entre un rango indicado, como es común en los materiales poliméricos. El componente B polimérico tiene un peso molecular de por lo menos 500 y es el residuo divalente de un polialquilenglicol soluble en agua que tiene la fórmula general



en la que

R<sub>3</sub> es hidrógeno o un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>3</sub>;

q es un entero de 10 hasta 500.

Emulsificantes más preferidos utilizados en la invención son, por ejemplo, dipolihidroxiestearato PEG30. Otro emulsificante similar para uso con la invención son copolímeros del bloque (A-B-A) de polietilenglicol y ácido polihidroxiestearico con un peso de mol de aproximadamente 5.000.

Adicionalmente, el uso de copolímeros de bloque de tipo ABA conducen a emulsiones agua en aceite que tienen excelente estabilidad durante almacenamiento mejorando de esta manera la vida útil de dichas emulsiones. Las emulsiones agua en aceite resultantes son estables y fluidas a bajas temperaturas, especialmente a 25 °C.

Compuesto iii): portador no acuoso

En el espesante de la invención, el polímero catiónico puede estar presente disperso en una fase aceitosa, preferiblemente como una dispersión inversa, dispersión agua-en-aceite, o como un polímero catiónico anhidro disperso en aceite, es decir el portador no-acuoso está en una fase aceitosa

Una fase aceitosa adecuada comprende uno o más aceites de alta ebullición con puntos de ebullición por encima de 220 °C son, por ejemplo, estearato 2-etilhexilo y nafta pesada hidrocaliente, y aceites de baja ebullición adecuados con puntos de ebullición por debajo de 220 °C, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos desaromatizados o aceites minerales de baja viscosidad, como se define en el documento WO 2005/097834.

La presente invención proporciona adicionalmente un procedimiento para la fabricación de una dispersión inversa que comprende

- 10 i) por lo menos un polímero catiónico que se puede obtener mediante la polimerización de
  - a) por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico (compuesto a),
  - b) por lo menos un entrecruzador (compuesto b), en el que la cantidad de entrecruzador es mayor de 0 % y menor de 0,055 % en peso,
  - c) opcionalmente por lo menos un agente de transferencia de cadena (compuesto C),
- 15 ii) por lo menos un agente estabilizante, en el que el agente estabilizante tiene una o más cadenas hidrófobas con más de 50 átomos de carbono, preferiblemente más de 50 átomos de carbono,
- iii) por lo menos una fase aceitosa, en el que la dispersión inversa se obtiene mediante polimerización de emulsión inversa, opcionalmente seguido por destilación por medio de tecnología de polímeros de dispersión líquida.

En el contexto de la presente invención, el polímero catiónico se prepara mediante polimerización de emulsión inversa. La polimerización de emulsión inversa es conocida como tal por el experto en la técnica. La polimerización de emulsión inversa es entendida por el experto en la técnica en general como el procedimiento de polimerización de acuerdo con la siguiente definición: los monómeros hidrófilos se dispersan en una fase aceite hidrófoba. La polimerización se efectúa directamente en las partículas de monómero hidrófilas mediante la adición de iniciador.

Adicionalmente, se prefiere que, después de la polimerización de emulsión inversa, por lo menos una parte de agua y por lo menos una parte de los constituyentes de baja ebullición de la fase aceitosa se destilan, especialmente por medio de tecnología LDP (Tecnología de polímeros de dispersión líquida). La tecnología LDP tal como la conocen aquellos expertos en la técnica; se describe, por ejemplo, en el documento WO 2005/097834.

Se obtiene de esta manera una dispersión inversa.

La información que sigue, a menos que se indique de otra forma, aplica a todos los tipos de polimerización de emulsión, por ejemplo, para polimerización de emulsión en agua, que luego constituye la fase continua, y especialmente también para polimerización de emulsión inversa en la que la fase aceitosa hidrófoba constituye la fase continua.

La fase acuosa comprende, por ejemplo, un agente de transferencia de cadena, un entrecruzador, un monómero catiónico y opcionalmente un monómero no cargado, y opcionalmente componentes adicionales. Componentes adicionales adecuados son, por ejemplo, agentes formadores de complejos para sales tal como ácido pentasodio dietilenotriaminopentaacético, o compuestos que pueden ser utilizados para ajustar el pH, tal como ácido cítrico.

La fase aceitosa comprende preferiblemente un emulsificante, un agente estabilizante, un aceite de alta ebullición, y un aceite de baja ebullición. Adicionalmente, la fase aceitosa puede opcionalmente comprender un monómero no iónico o surfactantes solubles en aceite, activadores que inducen el cambio de fase durante dilución con agua, entrecruzadores, agentes de transferencia de cadena o componentes iniciadores.

Un iniciador de polimerización adecuado se utiliza para la polimerización. Se prefieren iniciadores de polimerización de radicales libres activables térmicamente y/o iniciadores redox.

Iniciadores de radicales libres activables térmicamente adecuados o componentes oxidativos del par de iniciadores redox son en particular aquellos del tipo peroxi y azo. Estos incluyen peróxido de hidrógeno, ácido peracético, hidropéroxido de t-butilo, peróxido de di-t-butilo, peróxido de dibenzoilo, hidropéroxido de benzoilo, peróxido de 2,4-diclorobenzoilo, 2,5-dimetil-2,5-bis (hidroperoxi) hexano, ácido perbenzoico, peroxipivalato de t-butilo, peracetato de t-butilo, peróxido de dilauroilo, peróxido de dicaprililoilo, peróxido de distearoilo, peróxido de dibenzoilo, peroxidicarbonato de diisopropilo, peroxidicarbonato de didecilo, peroxidicarbonato de dieicosilo, perbenzoato de di-t-butilo, azobisisobutironitrilo, 2,2'-azobis-2,4-dimetilvaleronitrilo, persulfato de amonio, persulfato de potasio, persulfato de sodio y perfosfato de sodio.

Los persulfatos (peroxodisulfatos), especialmente persulfato de sodio, son los más preferidos.



La dispersión inversa puede contener una mezcla del componente de oxidación del iniciador redox como t-Butilhidroperóxido y bromato de potasio y el componente de reducción preferido es hidrógensulfito de sodio.

En el desempeño de la polimerización de emulsión, el iniciador se utiliza en una cantidad suficiente para iniciar la reacción de polimerización. El iniciador se utiliza normalmente en una cantidad de 0,01 a 3 % en peso, con base en el peso total de los monómeros utilizados. La cantidad de iniciador es preferiblemente 0,05 a 2 % en peso y especialmente 0,1 a 1 % en peso, con base en el peso total de los monómeros utilizados.

La polimerización de emulsión se efectúa normalmente a 0 °C a 100 °C. Puede ser realizada como un procedimiento en lotes o en la forma de un procedimiento de alimentación. En el procedimiento de alimentación, por lo menos una parte del iniciador de polimerización y opcionalmente una parte de los monómeros se cargan inicialmente y se calientan a temperatura de polimerización, y luego se suministra el resto de la mezcla de polimerización, normalmente sobre diversas cargas separadas, una o más de las cuales comprenden los monómeros en forma pura o emulsificada, continuamente o en forma de etapas mientras mantiene la polimerización. Se da preferencia al suministro de monómeros en la forma de una emulsión de monómeros. En paralelo al suministro de monómeros, se puede medir el iniciador de polimerización adicional.

En realizaciones preferidas la cantidad completa de iniciador se carga inicialmente, es decir no existe medición adicional del iniciador en paralelo a la carga de monómero.

En una realización preferida, el iniciador de polimerización de radicales libres activables térmicamente se carga inicialmente por lo tanto totalmente y la mezcla de monómero, preferiblemente en la forma de una emulsión de monómero, se carga. Antes de que se inicie la carga de la mezcla de monómero, la carga inicial se lleva a la temperatura de activación del iniciador de polimerización de radicales libres activables térmicamente o a una mayor temperatura. La temperatura de activación se considera que es la temperatura en la que por lo menos la mitad del iniciador se ha descompuesto después de una hora.

En otro procedimiento de preparación preferido, se obtiene el polímero catiónico mediante polimerización de una mezcla de monómeros en la presencia de un sistema iniciador redox. Un sistema iniciador redox comprende por lo menos un componente de agente de oxidación y por lo menos un componente de agente de reducción, en cuyo caso los iones de metales pesados están preferiblemente adicionalmente presentes como un catalizador en el medio de reacción, por ejemplo, sales del cerio, manganeso o hierro (II).

Los componentes de agentes oxidantes adecuados son, por ejemplo, bromato de sodio o potasio, peróxidos y/o hidroperóxidos tal como peróxido de hidrógeno, hidroperóxido de tert-butilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de pinano, hidroperóxido de diisopropilfenilo, percarbonato de dicitlohexilo, peróxido de dibenzoilo, peróxido de dilauroilo, y peróxido de diacetilo. Se prefieren peróxido de hidrógeno e hidroperóxido de tert-butilo.

Componentes de agentes de reducción adecuados son sulfitos de metales alcalinos, ditionitos de metales alcalinos, hiposulfitos de metales alcalinos, hidrógensulfito de sodio, Rongalit C (formaldehidosulfoxilato de sodio), mono- y dihidroxiacetona, azúcares (por ejemplo, glucosa o dextrosa), ácido ascórbico y sales de los mismos, aducto de bisulfito de acetona y/o sales de metales alcalinos de ácido hidroximetanosulfónico. Se prefiere hidrógensulfito de sodio o metabisulfito de sodio.

Componentes de agentes de reducción adecuados o catalizadores también son sales de hierro (II) sales, por ejemplo, sulfato de hierro (II), sales de estaño (II), por ejemplo, cloruro de estaño (II), sales de titanio (III), tal como sulfato de titanio (III).

Las cantidades de agente de oxidación utilizadas son 0,001 a 5,0 % en peso, preferiblemente de 0,005 a 1,0 % en peso y más preferiblemente de 0,01 a 0,5 % en peso, con base en el peso total de los monómeros utilizados. Los agentes de reducción son utilizados en cantidades de 0,001 a 2,0 % en peso, preferiblemente de 0,005 a 1,0 % en peso y preferiblemente de 0,01 a 0,5 % en peso, con base en el peso total de los monómeros utilizados.

Un sistema iniciador redox particularmente preferido es el sistema de peroxodisulfato de sodio/ hidrógensulfito de sodio, por ejemplo, 0,001 a 5,0 % en peso de peroxodisulfato de sodio y 0,001 a 2,0 % en peso de hidrógensulfito de sodio, especialmente 0,005 a 1,0 % en peso de peroxodisulfato de sodio y 0,005 a 1,0 % en peso de hidrógensulfito de sodio, más preferiblemente 0,01 a 0,5 % en peso de peroxodisulfato de sodio y 0,01 a 0,5 % en peso de Hidrógensulfito de sodio.

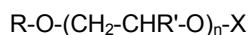
Un sistema iniciador redox particularmente preferido adicional es el sistema hidroperóxido de t-butilo /peróxido de hidrógeno/ácido ascórbico, por ejemplo, 0,001 a 5,0 % en peso de hidroperóxido de t-butilo, 0,001 a 5,0 % en peso de peróxido de hidrógeno y 0,001 a 2,0 % en peso de ácido ascórbico, especialmente 0,005 a 1,0 % en peso de hidroperóxido de t-butilo, 0,005 a 1,0 % en peso de peróxido de hidrógeno y 0,005 a 1,0 % en peso de ácido ascórbico, más preferiblemente 0,01 a 0,5 % en peso de hidroperóxido de t-butilo, 0,01 a 0,5 % en peso de peróxido de hidrógeno y 0,01 a 0,5 % en peso de ácido ascórbico.

En una realización preferida de esta invención, tanto los iniciadores térmicos como iniciadores redox se pueden utilizar juntos y uno o más componentes de los compuestos iniciadores utilizados pueden ser parcialmente o completamente precargados.

5 Los emulsificantes, estabilizantes, aceites de baja ebullición y aceites de alta ebullición como tal son conocidos por los expertos en la técnica. Estos compuestos se pueden utilizar individualmente o en la forma de mezclas.

Emulsificantes típicos en adición a los agentes estabilizantes son emulsificantes aniónicos, por ejemplo, laurilsulfato de sodio, sulfatos de éter tridecil sodio, sales de sodio dioctilsulfosuccinato de sodio y sales de sodio de sulfonatos de poliéter alquilarilo; y emulsificantes no iónicos, por ejemplo, alcoholes alquilaril poliéter y copolímeros de óxido de óxido propileno etileno. Trioleato sorbitán es probablemente adecuado como un emulsificante.

10 Emulsificantes preferidos tienen la siguiente fórmula general:



en la que R es alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>,

R' es hidrógeno o metilo,

X es hidrógeno o SO<sub>3</sub> M,

15 M es hidrógeno o un metal alcalino, y

n es un entero de 2 a 100.

Se describen estabilizantes adecuados, por ejemplo, en el documento EP-A 172 025 o EP-A 172 724. Estabilizantes preferidos son copolímeros de metacrilato estearilo y ácido metacrílico.

20 Aceites de alta ebullición adecuados son, por ejemplo, estearato de 2-etilexilo y nafta pesada hidrocalentada, y aceites de baja ebullición adecuados son, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos desaromatizados o aceites minerales de baja viscosidad.

En una realización preferida de la presente invención, el compuesto A se agrega totalmente o parcialmente a la fase de aceite en la polimerización inversa de la emulsión.

25 En una polimerización de emulsión inversa, la temperatura se puede mantener constante o también puede aumentar. El aumento en la temperatura se puede realizar continuamente o en etapas. Por ejemplo, la temperatura puede aumentar en 0,1 a 10 °C por minuto durante la polimerización, preferiblemente de 0,5 a 3 °C por minuto. El aumento de temperatura se controla mediante el índice de adición de iniciador. El valor de temperatura de partida puede ser 0 a 30 °C, preferiblemente 10 a 20 °C.

30 En otra realización de la presente invención, la temperatura en la polimerización de emulsión inversa se mantiene constante (procedimiento frío); la temperatura es 0 a 30 °C, preferiblemente 10 a 20 °C. En una realización adicional de la presente invención, la temperatura se mantiene constante con un rango de temperatura mayor (procedimiento caliente). La temperatura en la polimerización es de 40 a 150 °C, preferiblemente de 70 a 120 °C.

En una realización particularmente preferida de la presente invención, la temperatura se mantiene constante durante la polimerización de emulsión inversa, la temperatura es por lo menos de 40 °C, preferiblemente 50 a 90 °C.

35 Si en el contexto de la presente invención, la temperatura se mantiene constante en una polimerización, especialmente en una polimerización de emulsión inversa, esto significa que la temperatura se mantiene en un valor constante desde el inicio de la polimerización. Variaciones de +/- 5 °C, preferiblemente +/- 2 °C y especialmente +/- 1 °C durante el procedimiento de polimerización se considera que son una temperatura constante (con base en el valor de temperatura constante deseado). La temperatura se mantiene constante hasta que ha terminado la polimerización, que es preferiblemente el caso después de una conversión de más de 90 % de los monómeros utilizados, más preferiblemente más del 95 % en peso y especialmente preferiblemente en conversión completa (100 % en peso). La temperatura se puede mantener constante al eliminar el calor de reacción que surge por enfriamiento. El inicio de la polimerización es normalmente la adición del iniciador de polimerización, preferiblemente la adición de un sistema iniciador redox. Normalmente, el sistema se calienta primero a la temperatura deseada y se espera una temperatura constante mientras se agita. Posteriormente, se agrega el iniciador de polimerización, como un resultado de lo cual comienza el procedimiento de polimerización. En una realización de la presente invención, la temperatura se mantiene constante en un valor por encima del punto de fusión del monómero asociativo utilizado.

45 En una realización preferida de la invención la polimerización empieza a bajas temperaturas y se incrementa durante la polimerización como se describió anteriormente hasta que se alcanza una temperatura especial y luego la temperatura de polimerización se mantiene constante mediante refrigeración.

La presente invención proporciona preferiblemente formulaciones alcalinas que contienen surfactante que comprenden por lo menos un espesante de la invención de acuerdo con las definiciones anteriores. El pH de la formulación es 7 a 13.

5 La dispersión inversa de la invención que contiene formulaciones acuosas que contienen surfactantes alcalinos o ácidos pueden comprender ingredientes adicionales conocidos por el experto en la técnica. Los ingredientes adecuados comprenden una o más sustancias del grupo de mejoradores, blanqueos, activadores de blanqueo, enzimas, electrolitos, disolventes no acuosos, modificadores de pH, fragancias, portadores de perfume, fluorescentes, colorantes, hidrótopos, inhibidores de espuma, aceites de silicona, agentes antiredeposición, 10 brillantadores ópticos, inhibidores de coloración gris, agentes antisépticos, agentes anticontaminantes, inhibidores de transferencia de colorantes, ingredientes antimicrobianos activos, germicidas, fungicidas, antioxidantes, inhibidores de corrosión, antiestáticos, ayudantes de planchado, agentes de hidrofobización e impregnación, agentes hinchantes y antideslizantes, absorbentes de UV y compuestos suavizantes de tejidos.

15 En una realización de la presente invención, las formulaciones que contienen surfactante comprenden menos de 1 % en peso de la dispersión inversa (con base en la formulación general), el polímero catiónico de la dispersión inversa se obtiene mediante polimerización de emulsión inversa en aumento de temperatura. Preferiblemente, las formulaciones comprenden 0,01 a <1 % en peso de espesante.

20 La presente invención proporciona adicionalmente el uso de una formulación ácida que contiene surfactante de la invención en productos cosméticos para el cabello, en productos de peinado para el cabello, como un champú, como un suavizante, como un acondicionador, como una crema para la piel, como un gel de ducha, como un suavizante de tejido para lavandería, o como un detergente ácido, preferiblemente para inodoros o baños.

La presente invención proporciona adicionalmente el uso de una formulación alcalina que contiene surfactante como una composición de lavado líquida o como un detergente de lavado de platos manual o de máquina.

25 La presente invención proporciona adicionalmente el uso de un espesante de la invención como un modificador de viscosidad, para optimización de dilución de corte, como agente espesante, para estabilización de constituyentes suspendidos que tienen un tamaño en el rango de nanómetros a milímetros y/o formulaciones alcalinas o ácidas que contienen surfactante.

La invención se ilustra en lo sucesivo mediante los ejemplos.

En los ejemplos se utilizan las siguientes abreviaturas:

#### Monómeros

30	ACM	acrilamida
	DMA3*MeCl	cloruro de 2-trimetilamonio metilo acrilato o cloruro de 2-(Acriloiloxi)etil]trimetilamonio
	DMAEMA*MeCl	cloruro de 2-trimetilamonio metilo metacrilato
	BEM	metacrilato de behenil-25
	MBA	metileno-bis-acrilamida (entrecruzador)
35	TAAC	cloruro del tetraalilo-amonio (entrecruzador)
	NaHP	hipofosfito de sodio (agente de transferencia de cadena)
	C16EO25MAc	metacrilato de C <sub>16</sub> -C <sub>18</sub> -alcohol graso-(etilenglicol) 25 éter

#### Otros

pphm partes por cientos de partes de monómeros

#### 40 Ejemplos

##### Procedimientos de prueba generales

A menos que se indique lo contrario, los siguientes procedimientos de prueba generales se utilizan en los ejemplos que siguen:

##### Determinación de viscosidad en medio acuoso

45 Con referencia a los procedimientos de acuerdo con DIN 51550, DIN 53018, DIN 53019, se utiliza el viscosímetro Brookfield modelo DV II, a menos que se indique lo contrario dentro de las siguientes tablas, en una velocidad de 10

a 60 revoluciones por minuto con un husillo especificado no. 2, 3 o 6 para medir las viscosidades reportadas en mPas.

5 Determinación de la viscosidad a 25 °C de 1 % en peso de producto en solución acuosa (aproximadamente 50 % en peso de polímero activo) la viscosidad Brookfield se mide utilizando un Brookfield DVII equipado con un husillo 3 a 10 rpm. La prueba se realiza en agua desionizada a 25 °C. La viscosidad inicial se define como la viscosidad Brookfield medida dentro de 35 minutos de elaboración de la muestra.

10 La determinación de la viscosidad a 25 °C de una solución acuosa que contiene 0,4 % en peso de producto (aproximadamente 50 % en peso de polímero activo) y 100 ppm de cloruro de calcio se mide la viscosidad Brookfield utilizando un Brookfield DVII equipado con un husillo 2 a 60 rpm. La prueba se realiza en 100 ppm de solución de cloruro de calcio en agua desionizada a 25 °C. La viscosidad inicial se define como la viscosidad Brookfield medida dentro de 2 horas de elaboración de la muestra.

#### Fase de evaluación y estabilidad de viscosidad Brookfield

15 Se mide la viscosidad Brookfield utilizando un viscosímetro Brookfield DV-E equipado con un husillo LV2 a 60 rpm. La prueba se realiza de acuerdo con las instrucciones del instrumento. La viscosidad inicial se define como la viscosidad Brookfield medida dentro de 24 horas de elaboración de la muestra. Las muestras se almacenan en jarras de vidrio con una tapa rosca y se maduran no distribuidas en una sala a temperatura constante mantenida a 35 °C. Se evalúa la estabilidad física mediante observación visual del producto en la jarra de vidrio no distribuida. Los productos se consideran estables cuando no se observa una capa clara al fondo de la jarra. Los productos se consideran inestables cuando se observa una capa clara al fondo de la jarra. Se mide la viscosidad Brookfield de la muestra después de voltear la jarra a mano para homogeneizar la muestra.

#### Determinación de la pendiente de viscosidad

25 Se prepara agua acidificada gravimétricamente al agregar aproximadamente 0,1 ppm de ácido clorhídrico al agua desionizada. Se prepara una serie de soluciones de polímero acuoso para abarcar logarítmicamente entre 0,01 y 1 % en peso de polímero del polímero en dicha agua ácida. Cada solución de disolvente de polímero se prepara gravimétricamente el mezclar el polímero y el disolvente con un Speed-Mixer DAC 150 FVZ-K (fabricado por FlackTek Inc. of Landrum, Carolina del Sur) durante 1 minuto a 2.500 RPM en una tasa Máx 60 o tasa Máx 100 para el porcentaje en peso del polímero objetivo de la solución de polímero acuosa. Se mide la viscosidad como una función del índice de corte de cada solución de disolvente de polímero en 40 índices de corte diferente utilizando un reómetro Anton Paar con un cabezal de medición DSR 301 y geometría de cilindro concéntrico. El diferencial de tiempo para cada medición es logarítmico sobre el rango de 180 y 10 segundos y el rango de índice de corte para la medición es 0,001 a 500 1/s (mediciones tomadas del índice de corte bajo al índice de corte alto). Viscosidades de 0,2 Pa s y más en un índice de corte de 0,01 1/s como una función del porcentaje en peso del polímero de la solución d disolvente de polímero acuoso se ajusta utilizando la ecuación  $Y = bX^a$  en el que X es la concentración de polímero en la solución de polímero disolvente, Y es la viscosidad de solución de disolvente de polímero, b es la viscosidad de solución de polímero de disolvente extrapolado cuando X se extrapola a un porcentaje en peso y el exponente a es la viscosidad de concentración de polímero que aumenta la potencia, definida aquí como la pendiente de viscosidad, sobre el rango de concentración de polímero cuando el exponente a es el valor más alto. El rango de ajuste de viscosidad con la ecuación y los parámetros de ajuste resultantes se enumeran en la tabla T1.

#### Uso de polímeros de la invención en formulaciones estándar de suavizantes de tejido

40 W3: Preparación de un suavizante de tejido de metosulfato de éster de ácido graso de disebo de metiltris (hidroxietil) amonio, parcialmente hidrogenado, (5,5 % de contenido activo)

Un suavizante de tejido tiene un pH de 2,7 y comprende 5,5 % en peso de metosulfato de éster de ácido graso disebo metil-Tris (hidroxietil) amonio (parcialmente hidrogenado) y 94,5 % en peso de agua desmineralizada.

45 La adición de 1 % de dispersión (aproximadamente 50 % en peso de polímero activo) a formulaciones suavizantes de tejido W3.

Se agrega el espesante gradualmente a temperatura ambiente a la formulación de suavizante de tejido particular y se agita hasta que la formulación se ha homogeneizado.

50 La viscosidad de Brookfield se mide 2h después de la preparación utilizando el Viscosímetro Brookfield modelo DV II a una velocidad de 10 revoluciones por minuto con un husillo especificado no. 6 reportado en mPas. Los resultados se compilan en la tabla 4.

#### Determinación de las partes solubles e insolubles del monómero utilizando la ultracentrífuga analítica (AUC)

Para la determinación de las partes solubles e insolubles del polímero, se realizan experimentos de fraccionamiento utilizando ultra centrifugación Analítica. Se utiliza series de velocidad de sedimentación utilizando un Beckman optimal XL-I (Beckman Instruments, Palo Alto, EUA) con sistema de detección óptico de interferencia (longitud de

- onda 675 nm). Las muestras se han medido en concentraciones de polímero por debajo de la concentración de sobreposición de polímero crítica utilizando solución salina para asegurar el efecto de pantalla de polielectrolitos. La velocidad de centrifugación se varía entre 1.000 rpm y 45.000 rpm. El coeficiente de sedimentación, definido como un valor medio para cada fracción, y la concentración de una fracción de sedimento se determinan utilizando un software de análisis estándar (SED-FIT) utilizando la densidad y viscosidad del disolvente, y un incremento de índice de refracción específico del polímero. El coeficiente de sedimentación está en unidades de Sved ( $1\text{Sved} = 10^{-13}$  segundos). La desviación estándar para la determinación de la fracción de peso y los coeficientes de sedimentación de agua soluble y polímeros hinchables en agua entrecruzados es 3 %, 10 % y hasta 30 % respectivamente.

#### Procedimiento de preparación de muestra de tejido y prueba y tejido

- Se evalúan tejidos bajo condiciones de lavado de carga superior NA utilizando máquinas lavadoras Kenmore FS 600 y/o series 80. Las máquinas lavadoras se fijan a: 32,22 °C/15,56°C de temperatura de lavado/enjuague, dureza 6 gpg, ciclo normal y carga media (64,35 litros). Los paquetes de tejido consisten de 5,5 libras de tejido limpio que consiste de 100 % algodón. Las muestras de tejido de prueba están incluidas dentro de este paquete y comprenden de toallas terrycloth Euro Touch 100 % algodón (compradas de Estandar Textile, Inc. Cincinnati, OH). Los paquetes se separan de acuerdo con el procedimiento de separación y eliminación-preparación de tejidos antes de ejecutar la prueba. Se agrega detergente líquido Tide Free (dosis recomendada 1x) bajo la superficie del agua después que se llena la máquina a la mitad. Una vez deja de fluir agua y la lavadora empieza a agitar, se agrega el paquete de tejido limpio. Cuando la máquina está casi llena con agua de enjuague, y antes que haya comenzado la agitación, se agrega lentamente las composiciones de prueba de cuidado de tejidos (dosis 1 x), asegurando que ninguna composición de prueba de cuidado de tejido entre en contacto directo con la muestra de tejido de prueba o el paquete de tejido. Cuando se completa el ciclo de lavado/enjuague, se transfiere cada paquete de tejido húmeda a un secador correspondiente. El secador utilizado es un secador Maytag commercial series (o equivalente), se fija el temporizador para 55 minutos en la configuración de secado de algodón/alto calor/tiempo seco. Una vez se detiene el secador, se retiran 12 toallas Terry para cada paquete de tejido para análisis de deposición de activos. Los tejidos se colocan luego en temperatura constante/humedad relativa (21,11 °C, humedad relativa 50 %) sala de graduación controlada durante 12-24 horas y luego se gradúa para deposición de activos y/o suavizante.

- El procedimiento de eliminación/separación-preparación de tejido incluye lavar el paquete de tejido limpio (5,5 lbs de tejido que comprende 100 % algodón) que incluye muestras de tejido de prueba de toallas terrycloth EuroTouch 100 % algodón para 5 ciclos de lavado consecutivos seguidos por un ciclo de secado. Se utiliza detergente líquido de Alta Eficiencia (HE) AATCC (American Association of Textile Chemists and Colorists) para separar/eliminar el paquete de tejidos limpio y los tejidos de muestra de tejido de prueba (dosis recomendada 1 x por ciclo de lavado). Las condiciones de lavado son como sigue: máquinas de lavado Kenmore FS 600 y/o 80 series (o equivalente), configuradas a: temperatura de lavado/enjuague 48,89 °C/48,89 °C, dureza del agua igual a 0 gpg, ciclo de lavado normal, y carga de tamaño medio (64,35 litros). El temporizador del secador se fija para 55 minutos en la configuración de algodón/alto/tiempo de secado.

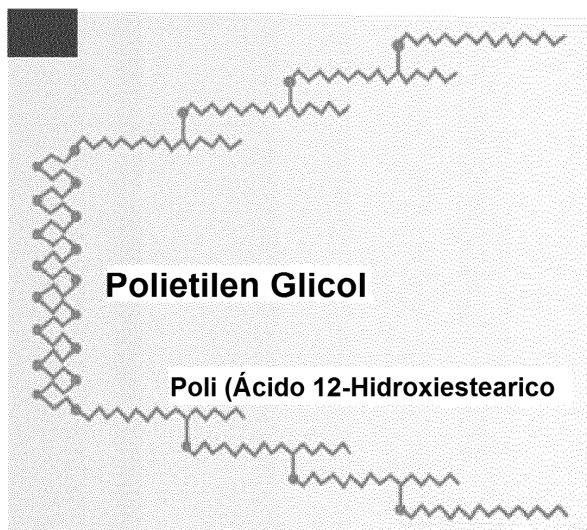
#### Procedimiento de medición de silicona

- Se extrae silicona de aproximadamente 0,5 gramos de tejido (tratada previamente de acuerdo con el procedimiento del tratamiento de muestra de tejido de prueba) con 12 mL de 50:50 de tolueno: metilisobutil cetona o 15:85 etanol: metilisobutil cetona en frascos de centelleo de 20 mL. Los frascos se agitan sobre una centrifuga de pulso durante 30 minutos. La silicona en el extracto se cuantifica utilizando espectrometría de emisión óptica de plasma acoplada inductivamente (ICP-OES). Los estándares de calibración ICP de la concentración de silicona conocidos se fabrican utilizando el mismo comparable o un tipo estructuralmente comparable de materia prima de silicona como los productos que se prueban. El rango de trabajo del procedimiento es 8-2300 µg de silicona por gramo de tejido. Concentraciones mayores de 2300 µg de silicona por gramo de tejido se pueden evaluar mediante dilución posterior. El índice de eficiencia de deposición de silicona se determina al calcular como porcentaje, cuánta se recupera de silicona, a través de la técnica de medición mencionada anteriormente, versus cuánto se suministra a través de los ejemplos de formulación. El análisis se realiza en toallas terrycloth (EuroSoft towel, sourced from Standard Textile, Inc, Cincinnati, OH) que se han tratado de acuerdo con el procedimiento de lavado bosquejado aquí.

#### Agentes estabilizantes utilizados en los ejemplos

- Agente estabilizante A (copolímero de bloque no iónico): PEG-75-dipoly- $\omega$ -hidroxiestearato.

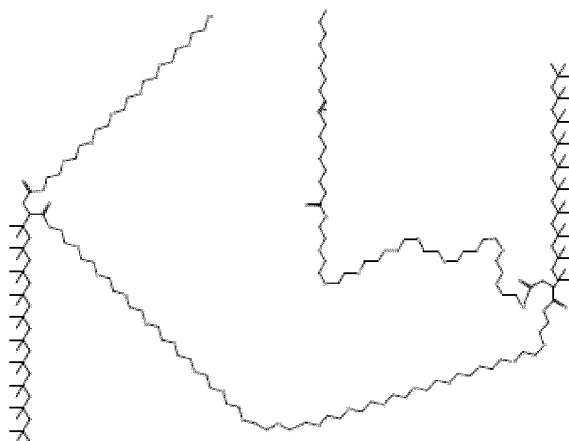
Agente estabilizante B es un copolímero de bloque ABA no iónico con un peso molecular de aproximadamente 5000/mol, y valor de balance lipofílico hidrófilo (HLB) de 5 a 6, en el que el bloque de A se basa en ácido polihidroxiestearico y el bloque de B en óxido polialquileño que comprende aproximadamente 15 unidades de óxido de etileno.



Agente estabilizante C (copolímero del bloque no iónico): PEG-30 dipoli (ácido 12-Hidroxiestearico)

Agente estabilizante D (copolímero de bloque no iónico): surfactante estabilizante de poli-isobutano polietilenglicol Alcyl con HLB 5-7

**Grupo soluble en aceite : poli-iso-butileno**  
**Grupo de anclaje : polietilen glicol**



5

#### Ejemplo comparativo 1 (CE1)

Síntesis del polímero catiónico

Se prepara una fase acuosa de componentes solubles en agua al mezclar juntos los componentes siguientes:

1,23 g (0,5 pphm) de ácido-1-hidrato cítrico,

10 0,7 g (0,29 pphm) una solución acuosa de dietileno-triaminopentaacetato de pentasodio,

43,78 g (17,85 pphm) de agua,

29,56 g (0,12 pphm) de metil-bis-acrilamida (solución acuosa al 1 %),

8,0 g (0,02 pphm) cloruro de tetralilamonio (TAAC) (solución acuosa al 5 %),

8,0 g (0,02 pphm) de hipofosfito de sodio (solución acuosa al 5 %), y

15 326,66 g (100,0 pphm) de cloruro de metilo dimetilaminoetilmetacrilato cuaternizado,

Se prepara una fase aceitosa al mezclar juntos los siguientes componentes:

8,0 g (2,45 pphm) de tri-oleato de sorbitán (75 % en hidrocarburo alifático desaromatizado) punto entre 160 °C hasta 190 °C.

67,8 g (5,22 pphm) de un estabilizante polimérico (copolímero de ácido estearil metacrilático-metacrílico: (18,87 % en disolvente)

5 151,29 g (61,75 pphm) de esteareato de 2-etilexilo, y

60,2 g (24,57 pphm) de disolvente de hidrocarburo desaromatizado con un punto de ebullición de entre 160 °C hasta 190 °C.

10 Las dos fases se mezclan juntas en una relación de 41,8 partes de fase aceitosa hasta 58,2 partes de fase acuosa bajo alto corte para formar una emulsión de agua en aceite. La emulsión de agua en aceite resultante se transfiere a un reactor equipado con tubo de purga nitrógeno, agitador y termómetro. La emulsión se purga con nitrógeno para eliminar el oxígeno.

Se efectúa polimerización mediante la adición de una pareja redox de metabisulfito de sodio e hidropéroxido de butilo terciario en forma de etapas de tal manera que la temperatura aumenta 2 °C/min.

15 Una vez se ha logrado la isoterma, se agrega iniciador de radicales libres (2, 2'-azobis (2-metilbutironitrilo), CAS: 13472-08-7) en dos etapas (la segunda etapa después de 45 min) y la emulsión se mantiene a 85 °C durante 75 minutos.

Se lleva a cabo destilación en vacío para eliminar el agua y disolventes volátiles para dar un producto final de 50 % de sólidos de polímero.

20 Para esta adición del producto se hace de 34,3 g (14,0 PPHM) de un alcoxilato de alcohol graso [alcohol C6-C17 (secundario) poli (3-6) etoxilado: 97 % de etoxilado de alcohol secundario + 3 % poli (óxido de etileno)], (CAS No. 84133-50-6).

### Ejemplo comparativo 2 (CE2)

Síntesis del polímero catiónico

Este ejemplo ilustra la preparación de un polímero catiónico adecuado.

25 Se prepara una fase acuosa de componentes solubles en agua al mezclar juntos los siguientes componentes:

1,88 g (0,5 pphm) de ácido-1-hidrato cítrico,

1,07 g (0,29 pphm) de una solución acuosa de dietilenotriaminopentaacetato de pentasodio, 220,37 g (58,77 pphm) de agua,

3,75 g (0,01 pphm) de metileno-bis-acrilamida (solución acuosa al 1 %),

30 0,75 g (0,2 pphm) de ácido fórmico

281, 25 g (60,0 pphm) de dimetilaminoetilacrilato cuaternizado de cloruro de metilo (DMA3\*MeCl solución acuosa al 80 %), y

300,00 g (40,0 pphm) de acrilamida (solución acuosa al 50 %).

Se prepara una fase aceitosa al mezclar juntos los siguientes componentes:

35 12,245 g (2,45 pphm) de Trioleato de sorbitán (75 % en hidrocarburo alifático desaromatizado) punto entre 160 °C hasta 190 °C.

103,825 g (5,22 pphm) de un estabilizante polimérico, copolímero de ácido estearil metacrilato-metacrílico (18,87 % en disolvente)

259,14 g (69,1 pphm) de estearato de 2-etilexilo, y

40 99,97 g (26,66 pphm) de disolvente de hidrocarburos desaromatizado con un punto de ebullición entre 160 °C hasta 190 °C.

45 Las dos fases se mezclan juntas en una relación de 37 partes de fase aceitosa hasta 63 partes de fase acuosa bajo alto corte para formar una emulsión de agua en aceite. La emulsión de agua en aceite resultante se transfiere a un reactor equipado con tubo de purga nitrógeno, agitador y termómetro. Se agrega 0,21 g (0,056 PPHM) Wako V59 y la emulsión se purga con nitrógeno para eliminar oxígeno.

Se efectúa polimerización mediante la adición de una pareja redox de metabisulfito de sodio e hidroperóxido terciario en forma de etapas de tal manera que se aumenta la temperatura de 2 °C/min. Después que se completa la isoterma, la emulsión se mantiene a 85 °C durante 60 minutos. La reducción de monómero residual con 72,7 g (0,25 pphm) hidroperóxido de butilo terciario (1,29 % en disolvente) y 82,2 g (0,25 pphm) de metabisulfito de sodio (1,14 % en emulsión) se inicia (3 horas de tiempo de carga).

Se lleva a cabo destilación en vacío para eliminar el disolvente volátil y agua para dar un producto final, es decir una dispersión que contiene 50 % de sólidos de polímero.

Para este producto de adición se fabrica 52,5 g (14,0 pphm) de Tergitol 15-S-7 (alcohol etoxilado secundario).

## Ejemplo 2

Con la parte de polímero soluble mejorada y deposición mejorada y estabilidad realzada

Síntesis del polímero catiónico

Este ejemplo ilustra la preparación de un polímero catiónico adecuado.

Se prepara una fase acuosa de componentes solubles en agua a mezclar juntos los siguientes componentes:

1,88 g (0,5 pphm) de ácido-1-hidrato cítrico,

1,07 g (0,29 pphm) de una solución acuosa de dietilenotriaminopentaacetato de pentasodio, 220,37 g (58,77 pphm) de agua,

3,75 g (0,01 pphm) de metileno-bis-acrilamida (solución acuosa al 1 %),

0,75 g (0,2 pphm) de ácido fórmico

281,25 g (60,0 pphm) de dimetilaminoetilacrilato cuaternizado de cloruro de metilo (DMA3\*MeCl solución acuosa al 80 %), y

300,00 g (40,0 pphm) de acrilamida (solución acuosa al 50 %).

Se prepara una fase aceitosa al mezclar juntos los siguientes:

45,92 g (2,45 pphm) de agente B estabilizando (20 % en disolvente) como surfactante estabilizante,

103,825 g (5,22 pphm) de un copolímero de ácido estearil metacrilato-metacrílico estabilizante polimérico (18,87 % en disolvente)

295,13 g (78,1 pphm) de estearato de 2-etilexilo, y

30,3 g (8,08 pphm) de disolvente de hidrocarburos desaromatizado con un punto de ebullición entre 160 °C hasta 190 °C.

Se mezclan dos fases juntas en una relación de 37 partes de fase aceitosa hasta 63 partes de fase acuosa bajo alto corte para formar una emulsión del agua en aceite. La emulsión de agua en aceite resultante se transfiere a un reactor equipado con tubo de purga de nitrógeno, agitador y termómetro. Se agrega 0,38 g (0,1 pphm) Wako V59 y la emulsión se purga con nitrógeno para eliminar el oxígeno.

La polimerización se efectúa mediante la adición de una pareja redox de metabisulfito de sodio e hidroperóxido de butilo terciario en forma de etapas e tal manera que se aumenta la temperatura de 2 °C/min. Después que se completa la Isoterma, la emulsión se mantiene a 85 °C durante 60 minutos. Se inicia la reducción de monómero residual con 72,7 g (0,25 pphm) hidroperóxido de butilo terciario (1,29 % en disolvente) y 82,2 g (0,25 pphm) de metabisulfito de sodio (1,14 % en emulsión) (3 horas de tiempo de carga).

La destilación en vacío se lleva a cabo para eliminar agua y disolvente volátil para dar un producto final, es decir una dispersión que contiene 50 % de sólidos del polímero.

Para esta adición del producto se fabrica 52,5 g (14,0 pphm) de alcoxilato de alcohol graso [alcohol C6-C17 (secundario) poli (3-6) etoxilato: 97 % de etoxilato e alcohol secundario + 3 % de poli (óxido de etileno)], (CAS No. 84133-50-6).

Los ejemplos 2,1 a 2,6 se preparan de acuerdo con el mismo procedimiento como se describió anteriormente para el ejemplo 2. Con relación al ejemplo 2,5. Se reemplaza el componente iniciador redox de oxidación t-butilhidroperóxido en la primera mitad del procedimiento de polimerización por bromato de potasio y se carga a la fase acuosa



Tabla 1: Ejemplos 2,1 hasta 2,6

Ejemplo	Trioleato de Sorbitan (pphm)	Agente de estabilización B (pphm)	DMAE MA*MeCl (pphm)	DMA3*MeCl (pphm)	Acrilamida (pphm)	Metilen bis acrilamida (pphm)	Velocidad de reacción °C/min.
CE1	2,45		100,			0,12	+2
CE2	2,45			60	40	0,01	+2
Ejemplo 2		2,45		60	40	0,01	+2
Ejemplo 2,1		2,45		50	50	0,075	+1
Ejemplo 2,2		2,45		70	30	0,01	+1
Ejemplo 2,3		2,45		80	20	0,01	+1
Ejemplo 2,4		2,45		90	10	0,01	+1
Ejemplo 2,5		2,45		60	40	0,01	+2
Ejemplo 2,6		2,45		50	50	0	+1

Ejemplo 2,1-2,4: una relación de 43 partes de fase aceitosa a 57 partes de fase acuosa

- 5 Ejemplos con agentes estabilizantes A, C y D se tratan con resultados comparables como aquellos obtenidos cuando se utiliza agente estabilizante B

Tabla 2: Viscosidad y pendiente de viscosidad de los ejemplos 2,1 hasta 2,6 y CE1 y 2

Ejemplo	Viscosidad (mPa*s) de 1 % de producto en agua desionizada medido en 30min (RT)	Viscosidad (mPa*s) de solución acuosa que contiene 0,4 % de producto y 100 ppm de solución de cloruro e calcio medido en 2h (RT)	Viscosidad (mPa*s) de formulación W3 que contiene 1 % en peso de producto medido en 2 h (RT)	Pendiente de viscosidad
CE1	24000	113	6300	5,9
CE2	14300	209	8300	5,1
Ejemplo 2	7200	424	6400	4,9
Ejemplo 2,1	7880	289	6100	4,9
Ejemplo 2,2	6480	415	6000	4,4
Ejemplo 2,3	5870	398	5900	3,9
Ejemplo 2,4	2040	216	4000	1,9
Ejemplo 2,5	120	480	1100	No disponible
Ejemplo 2,6	7980	28	6400	0,51

**Tabla 3: Estabilidad de almacenamiento**

<b>Ejemplo</b>	<b>Después de 3 semanas a 25 °C</b>	<b>Después de 4 meses a 25 °C</b>	<b>Después de 6 meses a 25 °C</b>
CE 1	Coagulo fino disperso visible	Suero, sedimento redispersable	Suero, sedimento redispersable
CE2	Coagulo fino disperso visible	Suero, sedimento redispersable	Suero, sedimento redispersable
Ejemplo 2	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,1	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,2	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,3	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,4	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,5	Estable	Estable	Estable
Ejemplo 2,6	Estable	Estable	Estable

Si después del tiempo de almacenamiento no hay disolvente en la parte superior de la dispersión sin partículas de polímero, llamada suero, y sin partículas de polímero sedimentadas abajo después almacenamiento a temperatura ambiente y sin formación de coágulos mediante agregación de 2 o más partículas la dispersión de polímero inversa se denomina estable.

**Tabla 4: Coeficiente de sedimentación de los ejemplos 2,1 hasta 2,6 y ejemplos comparativos CE1 y 2**

<b>Ejemplo</b>	<b>Coeficiente de sedimentación para partes soluble</b>	<b>Coeficiente de sedimentación para partes insoluble</b>	<b>% en peso para parte soluble</b>	<b>% en peso para parte insoluble</b>
CE1	5,7	25000	9	91
CE2	7	8400	20	80
Ejemplo 2	6	6050	31	69
Ejemplo 2,1	6	7400	25	75
Ejemplo 2,2	5	8650	30	70
Ejemplo 2,3	6	6500	31	69
Ejemplo 2,4	7	2600	58	42
Ejemplo 2,5	6	6050	32	68
Ejemplo 2,6	4	nada	100	0

**Tabla 5 - desempeño de deposición de producto terminado en formula II de ejemplo utilizando dispersión de la Tabla 8**

Dispersión en chasis de formula II	Nivel de polímero (% en peso)	Viscosidad Brookfield Inicial (cPs)	Después de 12 semanas @ 35 °C	
			Viscosidad Brookfield (cPs)	Estabilidad física
P1	0,2	132	233	separación 5 %
P3	0,2	379	494	Estable, pero alta viscosidad
P4	0,2	28	39	Estable

**5 Tabla 6: Desempeño de deposición de producto terminado en el ejemplo de la formula IV utilizando copolímero de metacrilato acrilamida catiónico lineal (dispersión de Tabla 1 Ejemplo 2,6)**

Nivel de polímero (% en peso)	Viscosidad Brookfield Inicial (cPs)	Después de 12 semanas @ 35 °C		Silicona (ug/g de tejido)
		Viscosidad Brookfield	Estabilidad física	
0,015	43	191	Estable	99
0,0	45	192	Estable	31

**Tabla 7: Formulas de ejemplo**

Los siguientes son ejemplos no limitantes de las composiciones de cuidado de tejidos					
(% en peso)	FI	FII	FIII	FIV	FV
FSA <sup>a</sup>	11	11	7	11	17
Alcohol de bajo MW <sup>b</sup>	1,00	1,00	0,6	1,00	0,7
Estructurante <sup>c</sup>	--	--	-	0,075	-
Perfume	1,75	1,75	0,56	1,75	1,75
Encapsulado de Perfume <sup>d</sup>	0,69	0,69	0,26	0,69	0,69
Cloruro de calcio (ppm)	547	547	200	547	750
Quelante <sup>e</sup>	0,007	0,007	0,036	0,007	0,007
Conservante (ppm) <sup>f</sup>	5	5	5	5	5
Acidulante (ppm) (ácido fórmico)	260	260	260	260	260
Antiespumante <sup>g</sup>	0,0165	0,015	0,008	0,015	0,015
Copolímero de acrilamida de metacrilato catiónico <sup>h</sup>	0,20	0,20	0,30	--	0,15
Copolímero de acrilamida de metacrilato catiónico <sup>i</sup>	-	-	-	0,015	-
Dialquil cuaternario soluble en agua <sup>j,k</sup>	0,25	--	-	--	-
Dispersante <sup>l</sup>	--	1,00	0,67	1,00	-
Surfactante estabilizante <sup>m</sup>					0,25
Emulsión PDMS <sup>n</sup>					0,65
Polímero Organosiloxano amino funcional <sup>o</sup>	3,00	3,00	2,00	3,00	-
Tinte (ppm)	30	30	20	30	30

(continuación)

Los siguientes son ejemplos no limitantes de las composiciones de cuidado de tejidos					
(% en peso)	FI	FII	FIII	FIV	FV
Ácido clorhídrico	0,025	0,025	0,014	0,025	0,020
Agua desionizada	Resto	Resto	Resto	Resto	Resto
<p><sup>a</sup> cloruro de N,N-di(tallowoiloietil)-N,N-dimetilamonio.</p> <p><sup>b</sup> Alcohol molecular bajo tal como EtOH o IPA</p> <p><sup>c</sup> Polímero Catiónico disponible de BASF bajo el nombre comercial Rheovis® CDE.</p> <p><sup>d</sup> Microcápsulas de perfume disponibles de ex Appleton Papers, Inc.</p> <p><sup>e</sup> Ácido Dietilenotriaminopentaacético o ácido hidroxilo etilideno-1,1-difosfonico</p> <p><sup>f</sup> 1,2-Benzisotiazolin-3-ONA (BIT) bajo el nombre comercial Proxel disponible de Lonza.</p> <p><sup>g</sup> Agente antiespumante de silicona disponible de Dow Corning® bajo el nombre comercial DC2310.</p> <p><sup>h</sup> Copolímeros de acrilamida-acrilatos catiónicos P1-P5 de la tabla 8.</p> <p><sup>i</sup> Copolímero lineal de DMA3*MeCl y acrilamida en una relación 60:40, DMA3*MeCl :Acrilamida(dispersión de la tabla 1 Ejemplo 2,6)</p> <p><sup>j</sup> Cloruro de didecil dimetil amonio bajo el nombre comercial Bardac®2280</p> <p><sup>k</sup> Tallowalquil (2-etilhexil) dimetil amonio metilsulfato hidrogenado de AkzoNobel bajo el nombre comercial Arquad® HTL8-MS</p> <p><sup>l</sup> Surfactante no iónico de BASF bajo el nombre comercial Lutensol® XL-70</p> <p><sup>m</sup> Surfactante no iónico, tal como TWEEN 20™ o TAE80 (alcohol etoxilado de CO, con un grado promedio de etoxilación de 80), o surfactante catiónico como Berol 648 y Ethoquad® C 25 de Akzo Nobel</p> <p><sup>n</sup> Emulsión de polidimetilsiloxano de Dow Corning bajo el nombre comercial de DC346®.</p> <p><sup>o</sup> Polímero de organosiloxano aminofuncional tal como copolímero de aminoetilaminopropilmetilsiloxano-dimetilsiloxano con un equivalente amina de 1500 g/mol o más (disponible comercialmente de Shin-Etsu Silicones bajo el nombre KF-861, KF-8002)</p>					

Tabla 8 Ejemplo P1 hasta P5

Ejemplo	Trioleato de Sorbitan (pphm)	Surfactante estabilizante B (pphm)	DMAE-MA* MeCl (pphm)	DMA3* MeCl (pphm)	Acrilamida (pphm)	Metilen bis acril acrilamida (pphm)	Velocidad de reacción °C/min	Procedimiento
P1	2,45			60	40	0	+2	CE 2 sin entrecruzador
P3	2,45			60	40	0,005	+2	CE 2 con cantidad media de entrecruzador
P4		2,5		60	50	0,01	+1	CE 1 con baja cantidad de entrecruzador

## REIVINDICACIONES

1. Una dispersión inversa comprende

i) por lo menos un polímero catiónico que se puede obtener mediante la polimerización de

a) por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico (compuesto A),

5 b) por lo menos un entrecruzador (compuesto B), en el que la cantidad de entrecruzador es mayor de 0 % y menor de 0,05 % en peso,

c) opcionalmente por lo menos un agente de transferencia de cadena (compuesto C),

(ii) por lo menos un agente estabilizante, en el que el agente estabilizante tiene una o más unidades hidrófobas con más de 50 átomos de carbono por unidad hidrófoba,

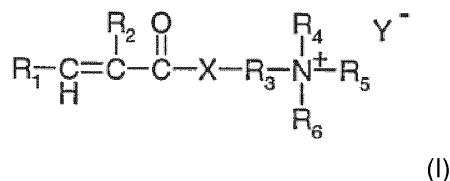
10 iii) por lo menos una fase aceitosa.

2. La dispersión inversa de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cantidad de entrecruzador se ubica en el rango de entre 0,0075 % a 0,01 % en peso con base en la cantidad total de los compuestos A a C.

3. La dispersión inversa de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que el compuesto A comprende al menos un monómero catiónico y por lo menos un monómero no iónico.

15 4. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la relación en peso de monómero catiónico a monómero no iónico se encuentra en el rango de entre 90/10 a 10/90.

5. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el monómero catiónico se selecciona de un compuesto de la fórmula (I)



20

en la que

R<sub>1</sub> es H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

R<sub>2</sub> es H o metilo,

R<sub>3</sub> es alquileno C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

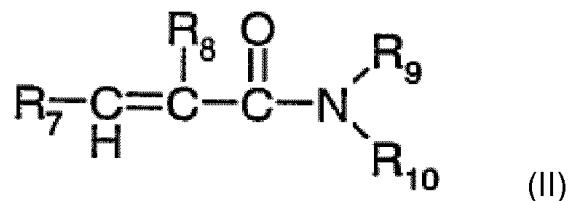
25 R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> cada uno son independientemente H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>,

X es -O- o -NH- y

Y es Cl; Br; I; hidrogensulfonato o metosulfato.

6. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el monómero catiónico es cloruro de 2-(Acriloiloxi)etil] trimetilamonio.

30 7. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el monómero no iónico se selecciona de n-vinilpirrolidona, n-vinilimidazol o un compuesto de acuerdo con la fórmula (II)



en el que

R<sub>7</sub> es H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

R<sub>8</sub> es H o metilo, y

R<sub>9</sub> y R<sub>10</sub>, independientemente el uno del otro, son H o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>.

8. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que el monómero no iónico es acrilamida.

5 9. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que se selecciona el compuesto B se selecciona de divinilbenceno; cloruro de tetraalilamonio; alil acrilatos; alil metacrilatos; diacrilatos y dimetacrilatos de glicoles o poliglicoles; butadieno; 1,7-octadieno, alilacrilamidas o alilmetacrilamidas; ácido bisacrilamidoacético; N,N'-metilenobisacrilamida o éteres de polialil polio.

10 10. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en la que el compuesto C se selecciona de mercaptanos, ácido láctico, ácido fórmico, isopropanol o hipofosfitos.

11. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que el agente estabilizante tiene una estructura de bloque-, injerto- o combinación.

15 12. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en la que el agente estabilizante tiene una estructura de bloque ABA con base en ácido polihidroxiestearico como bloque A y óxido de polialquileno como bloque B.

13. La dispersión inversa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la que la dispersión inversa presenta una pendiente de viscosidad en medio acuoso de entre aproximadamente 3,7 a aproximadamente 6,5, de aproximadamente 3,9 a aproximadamente 6, de aproximadamente 4 a aproximadamente 5,5, de aproximadamente 4 a aproximadamente de 4,2

20 14. Un procedimiento de fabricación de una dispersión inversa que comprende

(i) por lo menos un polímero catiónico que se puede obtener mediante una polimerización de

(a) por lo menos un monómero catiónico y opcionalmente por lo menos un monómero no iónico,

(b) por lo menos un entrecruzador, en el que la cantidad de entrecruzador es mayor 0 % y menor de 0,05 % en peso,

(c) opcionalmente por lo menos un agente de transferencia de cadena,

25 (II) por lo menos un agente estabilizante, en el que el surfactante estabilizante tiene una o más cadenas hidrófobas con más de 50 átomos de carbono,

III) por lo menos una fase aceitosa,

en el que la dispersión inversa se obtiene mediante polimerización de emulsión inversa, opcionalmente seguido por destilación por medio de tecnología de polímero de dispersión líquida.