



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 483**

51 Int. Cl.:
C11D 3/12 (2006.01)
C01B 33/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03745690 .2**
86 Fecha de presentación : **21.03.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1490465**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **29.12.2004**

54 Título: **Composiciones de tratamiento de material textil.**

30 Prioridad: **04.04.2002 GB 0207850**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.02.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.02.2008

73 Titular/es: **UNILEVER N.V.**
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es: **Findlay, Paul Hugh;**
Hunter, Joseph Edward;
Tiwari, Laxmikant y
Whilton, Nicola

74 Agente: **Justo Vázquez, Jorge Miguel de**

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de tratamiento de materiales textil.

5 **Campo técnico**

Esta invención se refiere a composiciones de tratamiento de material textil, a su uso en el tratamiento de material textil y a un procedimiento de tratar material textil con las composiciones.

10 **Antecedentes y técnica anterior**

Se sabe que las propiedades físicas de los materiales textiles se pueden modificar por medio de ciertos tratamientos. Por ejemplo, el material textil se puede tratar con el fin de modificar sus propiedades físicas, tanto en un tratamiento industrial como durante el lavado.

15 Los materiales textiles, y el algodón en particular, son propensos a la formación de repliegues antes, durante y después del lavado y el secado. Con el fin de eliminar tales repliegues del material textil, se tiene que emplear una considerable cantidad de tiempo y esfuerzo planchando tras cada operación de lavado y secado. Los términos de “repliegue” y “arruga” y los términos relacionados, tales como “antirepliegue” y “antiarruga” se refieren a deformaciones no permanentes en el material textil que se pueden eliminar aplanando a temperatura y humedad elevadas (por ejemplo planchando) y se usan en este documento como sinónimos.

Algunos de los intentos previos para resolver los problemas de formación de arrugas con respecto a los materiales textiles se han basado en el uso de materiales en partículas insolubles.

25 El documento US 3.892.681, por ejemplo, describe el uso de partículas de almidón granulares, sustancialmente insolubles en agua que tienen un diámetro entre 1 y 45 μm en composiciones detergentes. Se dice que las partículas de este tipo imparten beneficios antiarrugas y de facilidad de planchado además de otras propiedades de acondicionamiento del material textil.

30 Una composición detergente en la que aparece un material en partículas sustancialmente insoluble en agua con un diámetro desde aproximadamente 5 a 30 μm se describe en el documento US 4.051.046. El material en partículas puede ser de vidrio, de cerámica o una perla a base de polímero, o un almidón que ha sido tratado con un agente hidrófobo para reducir su solubilidad en agua. Con el fin de permitir el planchado, las partículas tienen que tener un punto de fusión por encima de 150°C. Se dice que estas composiciones confieren una gama de beneficios a los materiales textiles, que incluyen antiarrugado y facilidad de planchado.

35 El uso de arcilla de esmectita como agente suavizante se describe en el documento US 3.936.537. En este documento, la arcilla se combina con una sal de amonio cuaternario que confiere beneficios antiestáticos, y con un inhibidor de dispersión que consiste en un material orgánico sólido, en una composición compatible con detergentes.

La arcilla de esmectita también se usa en las composiciones detergentes suavizantes de materiales textiles que se describen en el documento US 4.062.647. De nuevo, se dice que la arcilla imparte características suavizantes y/o antiestáticas mejoradas.

45 Una composición detergente suavizante de material textil que comprende un detergente sintético no jabón, sal de agente mejorador de detergencia y arcilla se describe en el documento GB 1400898. La arcilla, añadida para los beneficios de suavizado, es una arcilla de tipo esmectita de tres capas con una capacidad de intercambio iónico de al menos 50 meq/100 g. La combinación de sal de agente mejorador de detergencia y arcilla se describe que ayuda a prevenir la aglomeración de arcilla, permitiendo así la deposición eficaz de arcilla en el material textil. En el documento GB 1428061, se describe una composición similar de suavizante de materiales textiles con una sal de amonio cuaternario presente como agente antiestático. La arcilla de tipo esmectita, responsable de impartir beneficios de suavidad, tiene un tamaño de partícula por debajo de 50 micrómetros y una capacidad de intercambio iónico de al menos 50 meq/100 gramos.

55 En el documento US 5.443.750, se usa arcilla, que puede ser arcilla de esmectita, en conjunción con una enzima en una composición detergente para proporcionar propiedades suavizantes aumentadas.

60 El documento EP-A-0 381 487 describe el uso de composiciones detergentes líquidas en las que se trata una arcilla (un aluminosilicato, por ejemplo, esmectita) con un material de barrera, que se selecciona entre un siloxano, un polisiloxano, un poliacrilato, citrato de dialquilo, citrato de dialquilo etoxilado, mono- y diestearatos de glicerol alcoxilados y N-alquil alcanolamidas etoxiladas, antes de la incorporación de arcilla a la formulación.

65 El tratamiento de una gama de materiales insolubles en agua, que incluyen arcilla con un compuesto de organosilicio que lleva un grupo amonio cuaternario se enseña en el documento US 4.557.854. Los grupos organosilicio se injertan en la superficie de las partículas de arcilla y, por lo tanto, se unirán a los átomos de silicio en las capas de la arcilla a través de uniones Si-O. El efecto del tratamiento se describe que es el de aumentar la potencia limpiadora de los agentes tensioactivos orgánicos convencionales.

ES 2 290 483 T3

Se sabe que el tratamiento de materiales textiles de algodón con agentes de reticulación, tales como ácido butano-1,2,3,4-tetracarboxílico (BTCA) imparte propiedades antiarrugas. Sin embargo, los tratamientos de este tipo tienden a hacer al material textil rígido y relativamente fácil de rasgar.

5 El documento US 4.844.821 describe composiciones detergentes líquidas de lavado y suavizantes líquidas de materiales textiles que contienen un suavizante de materiales textiles de arcilla de tipo esmectita en combinación con un agente antisedimentación y, opcionalmente, una cantidad de un agente polímero floculante de arcilla que realza la suavidad.

10 El documento US 3.948.790 describe composiciones detergentes que contienen una arcilla de amonio cuaternario. La arcilla es una arcilla impalpable de esmectita en la que 5 a 100 por ciento molar de los cationes intercambiables son iones amonio sustituidos con alquilo.

15 El documento US 4.828.723 describe una composición detergente de lavado de altas prestaciones no acuosa en la forma de una suspensión de una sal de agente mejorador de detergencia en tensioactivo no iónico líquido que se estabiliza frente a la separación de fases por adición de una carga de baja densidad y una pequeña cantidad de arcilla organófila modificada tal como una arcilla de esmectita hinchable con agua en la que los cationes metálicos se intercambian total o parcialmente con compuestos de amonio cuaternario de mono- o di- cadena larga.

20 El documento US 5.336.647 describe complejos de arcilla organófila que son dispersables en fluidos no acuosos para formar un gel en los mismos. El complejo de arcilla organófila comprende el producto de reacción de:

(a) arcilla de tipo esmectita;

25 (b) un primer catión orgánico en una cantidad de aproximadamente 75% a aproximadamente 150% de la capacidad de intercambio catiónico de la arcilla de tipo esmectita; y

30 (c) un segundo catión orgánico proporcionado por una sal de amonio cuaternario polialcoxilado; en el que está presente el segundo catión orgánico en una cantidad de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 20% en peso de contenido de catión orgánico total.

35 El documento US 5.527.871 describe un polímero estratificado inorgánico-orgánico que tiene su porción inorgánica en la forma de una estructura estratificada de tipo arcilla compuesta de una o dos láminas de tetraedros (cuyo átomo central es Si o un metal) y una lámina de tetraedros (cuyo átomo central es un metal). Los átomos centrales de los tetraedros están parcialmente o enteramente unidos a grupos orgánicos. Los grupos orgánicos pueden contener grupos funcionales por ejemplo grupos funcionales que pueden participar en una reacción de polimerización.

40 El documento US 4.287.086 describe complejos de arcilla orgánica organófila que son dispersables en líquidos orgánicos para formar un gel. Los geles pueden ser útiles como grasas lubricantes, lodos a base de aceite, fluidos de empaquetado a base de aceite, decapantes de pinturas-barnices- lacas, pinturas y aglomerantes de arenas de moldeo de fundición. La arcilla organófila es el producto de reacción de una arcilla de esmectita y una sal de metil bencil dialquil amonio

45 El documento US 542.999 describe una arcilla organófila gelificante útil en un sistema fluido no acuoso tal como pinturas, tintas y revestimientos. La arcilla organófila gelificante comprende el producto de reacción de:

(a) una arcilla de esmectita que tiene una capacidad de intercambio catiónico de al menos 75 miliequivalentes por 100 gramos de arcilla natural sin impurezas;

50 (b) un primer catión orgánico en una cantidad de aproximadamente 75% a aproximadamente 150% de la capacidad de intercambio catiónico de la arcilla de esmectita;

(c) un segundo catión orgánico proporcionado por una sal de amonio cuaternario polialcoxilado; y

55 (d) uno o más aniones orgánicos que son capaces de reaccionar con dichos cationes orgánicos primero y segundo para formar un complejo catión orgánico-anión orgánico con dicha arcilla de esmectita.

60 El documento pendiente de tramitación WO-A-0246345 (PCT/EPO1/12580) publicado el 13.06.02 describe una composición de tratamiento de materiales textiles que comprende un vehículo compatible con el textil y partículas insolubles en agua que tienen una estructura estratificada que comprende átomos de oxígeno y silicio y/o átomos de fósforo, y que comprende grupos orgánicos funcionales que se unen a los átomos de silicio y/o fósforo en las capas por enlaces covalentes directos entre los átomos de silicio y/o fósforo y un átomo de carbono.

65 En una realización preferida el uso de composiciones de materiales textiles que comprenden partículas insolubles en agua que tienen una estructura estratificada que comprenden uno o más grupos orgánicos funcionales que son capaces de autorreticularse y/o reaccionar con las fibras del material textil conduce a antiarruga mejorado, esto es reducción de repliegue, comportamiento de materiales textiles, sin los inconvenientes de los agentes de reticulación convencionales tales como ácido butano-1,2,3,4-tetracarboxílico (BTCA). Por lo tanto, los materiales textiles tratados

ES 2 290 483 T3

con composiciones que comprenden partículas insolubles en agua de este tipo tienen buenas propiedades antiarrugas pero son menos rígidas, menos propensas a la decoloración y menos susceptibles al desgarro que los materiales textiles tratados con algunos agentes de reticulación convencionales.

Las fibras celulósicas poseen grupos hidroxilo; las proteínas poseen una gama de grupos funcionales. Preferiblemente, los grupos orgánicos funcionales comprenden grupos electrófilos que son capaces de reaccionar con grupos hidroxilo por reacción, por ejemplo, con fibras celulósicas o fibras proteináceas y/o grupos tiol para reacción más específica, por ejemplo, con fibras proteináceas. Ejemplos adecuados de grupos electrófilos incluyen: anhídridos de ácido, epóxidos, cloruros de ácido, isocianatos, grupos que contienen azetidinium, ácidos carboxílicos, vinil sulfonas, aldehídos, cetonas, ésteres de enol, aziridinas, azalactonas y mezclas de los mismos. El grupo epóxido es especialmente preferido.

Se ha encontrado ahora que una gama particular de grupos funcionales proporcionará partículas capaces de aportar propiedades lubricantes realizadas a un material textil en comparación con partículas sin los grupos funcionales.

Según un aspecto de la presente invención se proporciona una composición detergente que comprende un vehículo compatible con textiles que se elige entre jabón y compuestos activos detergentes no jabones, aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros e híbridos y mezclas de los mismos, y partículas que tienen una estructura estratificada que comprende átomos de oxígeno y átomos de silicio y/o fósforo, y que comprenden grupos orgánicos funcionales que se unen a los átomos de silicio y/o fósforo en las capas por enlaces covalentes directos entre los átomos de silicio y/o fósforo y un átomo de carbono,

caracterizada porque los grupos funcionales se seleccionan entre:

(i) un grupo de la fórmula:



en la que:

Y comprende un grupo alquilo o alquileo de cadena larga de 8 a 20 átomos de carbono, interrumpida por uno o más heteroátomos que se seleccionan entre N, O y S con la condición de que haya al menos 3, preferiblemente al menos 4, átomos de carbono por cada heteroátomo en la cadena, estando Y unido a dicho átomo de silicio o fósforo a través de un átomo de carbono, y

T representa H o un grupo alquilo, éter, ácido carboxílico, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato

(ii) un grupo de fórmula

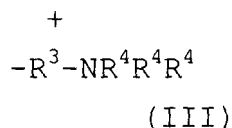


en la que:

R¹ representa un grupo alquileo de al menos 4 átomos de carbono,

cada R² es independientemente alquilo inferior y -NR²R² es preferiblemente, pero no necesita ser, un grupo terminal;

(iii) un grupo de la fórmula:

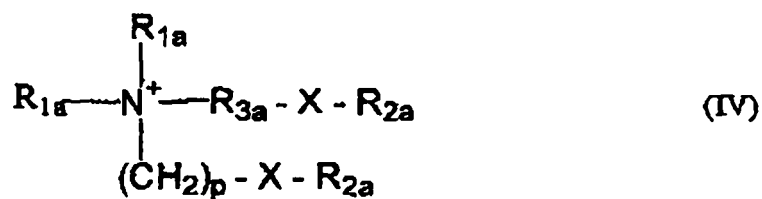


en la que:

R³ representa un grupo alquileo de al menos 3 átomos de carbono,

cada R⁴ se selecciona independientemente entre grupos alquilo de 1 a 25 átomos de carbono con la condición de que al menos un R⁴ sea alquilo inferior de 1 a 16 átomos de carbono,

(iv) un grupo de la fórmula



en la que cada grupo R_{1a} se selecciona independientemente entre grupos alquilo o hidroxialquilo C_{1-4} o grupos alquenilo C_{2-4} ;

cada grupo R_{2a} se selecciona independientemente entre grupos alquilo o alquenilo C_{8-28} ;

R_{3a} es un grupo alquileo lineal o ramificado de 1 a 5 átomos de carbono,

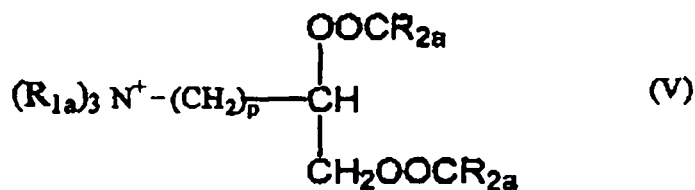
X es



y p es 0 ó es un número entero de 1 a 5,

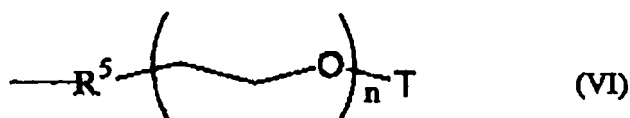
con la condición de que uno de R_{1a} y R_{2a} sea un grupo alquileo de al menos 3 átomos de carbono unido a dicho átomo de silicio o de fósforo;

(v) un grupo de la fórmula:



en la que R_{1a} , p y R_{2a} son como se han definido anteriormente;

(vi) un grupo de la fórmula:



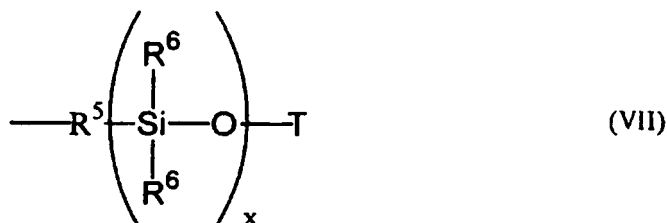
en la que:

T es como se ha definido anteriormente,

R⁵ representa un grupo de al menos un átomo de carbono, preferiblemente de al menos 3 átomos de carbono, que puede estar interrumpido por uno o más heteroátomos que se seleccionan entre N, O y S con la condición de que haya al menos 3 átomos de carbono por cada heteroátomo,

n es un número entero de al menos 6; y

(vii) un grupo de la fórmula:



en la que:

T y R^5 son como se han definido anteriormente,

cada R⁶ representa independientemente un grupo alquilo, un grupo alquilo fluorado, un grupo alquilo amino sustituido, un grupo alquilo sustituido con un resto azúcar, o una cadena lateral que comprende una cadena etoxilada y/o propoxilada, y

x es un número entero de al menos 5.

Los grupos orgánicos funcionales se seleccionan para aportar propiedades lubricantes realizadas en comparación con los correspondientes materiales que no poseen los grupos funcionales. Cuando se aplican a productos textiles los materiales proporcionan un efecto lubricante que reduce la fricción entre los hilos en los contactos hilo/hilo. El efecto de los materiales se puede estimar por la cizalladura de Kawabata como se describe más adelante. Las propiedades lubricantes realizadas pueden proporcionar suavidad mejorada, facilidad de planchado, antiarrugas, antiabrasión y beneficios relacionados.

Los materiales se pueden usar para tratar un material textil simplemente llevándolos en contacto con el material textil. Los materiales son dispersables en agua y se pueden aportar al material textil en el lavado principal o en el acondicionador de aclarado. El comportamiento de lubricación aportado por estos materiales puede exceder el comportamiento de lubricación aportado por sistemas tensioactivos catiónicos de acondicionadores de aclarado convencionales.

Los grupos funcionales deseados se pueden introducir durante la síntesis de los materiales, a través de post-modificación de materiales funcionales pre-sintetizados o modificación de una arcilla existente.

La presente invención implica el uso de partículas que tienen una estructura estratificada que comprende átomos de oxígeno y átomos de silicio y/o fósforo, y que comprende grupos orgánicos funcionales que se unen a átomos de silicio y/o fósforo en las capas por enlaces covalentes directos entre los átomos de silicio y/o fósforo y un átomo de carbono. Las partículas tienden a ser insolubles en agua. Las partículas son dispersables en agua a 20°C y en algunos casos se pondrá en evidencia que dan soluciones según se puedan romper en fragmentos submicrométricos.

Las partículas usadas en la invención son de un tamaño tal que no se perciben al tacto como partículas distintas. Preferiblemente, las partículas usadas en la invención tienen un tamaño medio de 0,01 a 100 μm . Más preferiblemente, las partículas usadas en este documento tienen un tamaño medio en el intervalo de aproximadamente 1 μm a 50 μm . El tamaño de las partículas se refiere a su máxima dimensión, tal como su diámetro cuando las partículas son sustancialmente esféricas.

La naturaleza estratificada de las partículas implica preferiblemente una disposición ordenada que comprende átomos de oxígeno y átomos de silicio y/o fósforo. Las capas también pueden comprender otros átomos metálicos y/o no metálicos. Otros átomos que pueden estar presentes en las capas incluyen, por ejemplo, átomos metálicos di- y/o trivalentes, tales como los de metales alcalinotérreos (por ejemplo, magnesio o calcio), los de metales de transición (por ejemplo, cobre, níquel y/o circonio), los del grupo IIIB de la tabla periódica (por ejemplo, aluminio) o los de mezclas de los mismos. Partículas adecuadas pueden comprender unidades discretas, que se repiten de capas o láminas. Las capas o láminas son sustancialmente disposiciones bidimensionales de átomos. Preferiblemente, la unidad que se repite consiste en una pluralidad de capas (por ejemplo dos o tres), o láminas, de átomos con un átomo metálico o una mezcla de átomos metálicos que forman la capa central y una gama de átomos no metálicos que enlazan por puentes

y/o que forman las capas circundantes. También puede estar presente dentro de la unidad que se repite una diversidad de especies atómicas, iónicas o moleculares, que incluyen por ejemplo, iones metálicos polivalentes tales como iones de sodio y/o calcio y/o hidroxonio.

5 Ejemplos adecuados de estructuras estratificadas incluyen las que comprenden iones metálicos divalentes o trivalentes, o una mezcla de los mismos, en la capa central. Preferiblemente, la capa central comprende iones magnesio, níquel o aluminio, o mezclas de los mismos, que se conectan por la vía de átomos de oxígeno y/o grupos hidroxilo a la capa circundante. Preferiblemente, las capas circundantes comprenden una mezcla de átomos de silicio y átomos de oxígeno así como otras especies catiónicas y/o moleculares.

10 El espaciado entre capas en las partículas que se usan en la invención es preferiblemente mayor de 10X, más preferiblemente mayor de 12X, según se determina por cristalografía de rayos-X. El espaciado entre capas preferiblemente no excede de aproximadamente 100X, más preferiblemente, no excede de aproximadamente de 50X.

15 Cuando la capa central comprende iones divalentes y la capa exterior comprende átomos de silicio, con átomos de oxígeno y grupos hidroxilo que enlazan por puentes, la estructura estratificada es análoga a la de esmectita de tipo talco, o arcillas de filosilicato.

20 Las arcillas de esmectita se pueden diferenciar claramente sobre la base del número de disposiciones octaédricas metal-oxígeno en la capa central para un número dado de átomos silicio-oxígeno en la capa exterior. Aquellas arcillas en las que aparecen principalmente iones metálicos divalentes comprenden el talco prototipo y los miembros hectorita, saponita, sauconita y vermiculita. Cuando en las arcillas aparecen principalmente iones metálicos trivalentes las estructuras cambian y ahora comprenden la pirofilita prototipo, montmorillonita, nontronita y volchonskoita.

25 Las partículas comprenden uno o más grupos orgánicos funcionales. Los grupos funcionales en cada partícula pueden ser de un tipo único de grupo funcional o una mezcla de diferentes tipos de grupos funcionales. Estos grupos orgánicos funcionales pueden ser responsables al menos parcialmente de conferir las propiedades deseadas sobre el material textil, después del tratamiento con las partículas o las composiciones que comprenden las partículas.

30 Los grupos funcionales de fórmula (I) son grupos alquilo o alquileo de cadena larga que tienen de 8 a 20 átomos de carbono.

35 El grupo terminal T representa H o un grupo alquilo, éter, ácido carboxílico, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato.

En los grupos de fórmula (II), el grupo amina se une por vía de R^1 que es un grupo alquileo de al menos 4 átomos de carbono. Al menos uno, preferiblemente ambos, de los grupos R^2 es un grupo alquilo de al menos 8 átomos de carbono.

40 El grupo cuaternario de fórmula (III) se une por vía de R^3 que representa un grupo alquileo de al menos 3 átomos de carbono. R^3 puede tener una cadena larga, por ejemplo, hasta 20 átomos de carbono. Generalmente uno o dos de los grupos R^4 es alquilo inferior por ejemplo metilo y el otro tiene una longitud de cadena más larga por ejemplo hasta 20 átomos de carbono. En una realización dos de los grupos R^4 son grupos alquilo de cadena larga.

Los grupos de fórmula (IV) y (V) se basan en la estructura de conocidos compuestos suavizantes catiónicos de material textil. Es posible introducir estos grupos en el material de las partículas tanto durante la síntesis del material como a través de post-modificación de arcilla funcional presintetizada.

50 De modo similar, es posible introducir una cadena de polietilenglicol como grupo funcional según se representa por la fórmula (VI) y una cadena de silicona según se representa por la fórmula (VII). El esqueleto de silicona puede tener cadenas laterales de manera similar a polímeros de silicona conocidos. Cadenas laterales adecuadas incluyen grupos alquilo, cadenas laterales perfluoro, cadenas laterales que tienen funcionalidad amino, cadenas laterales que tienen restos azúcar y cadenas laterales epoxiladas y/o propoxiladas.

Los materiales pueden comprender una mezcla de dos o más grupos funcionales.

60 Materiales que tienen grupos octilo y dodecilo se describen en Ukrainczyk, R.A. Bellman, A.B. Anderson, J. Phys. Chem. B., 1997, 101, 531-539.

Las partículas son preferiblemente de una arcilla funcionalizada por la introducción de grupos orgánicos funcionales durante su síntesis. Los grupos orgánicos funcionales se pueden convertir a diferentes grupos orgánicos funcionales por reacción de la arcilla, después de que ha sido sintetizada, con un reactivo apropiado, para formar otra arcilla que es adecuada para uso en la presente invención. Reactivos y condiciones de reacción apropiados para la interconversión de grupos funcionales son bien conocidos por los expertos en la técnica. Alternativamente, puede que la arcilla no necesite reconversión de grupos funcionales antes de uso en las composiciones de la invención.

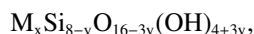
Más preferiblemente, las partículas funcionalizadas son de la clase general de arcillas híbridas inorgánicas-orgánicas conocidas como organo(filosilicatos). Ejemplos de procedimientos de síntesis para formar organo(filosilicatos), u organoarcillas, se describen en *J. Mater. Chem.*, vol. 8, 1998, p 1927-1932, *J. Phys. Chem. B.* 1997, **101**, 531-539, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 1995, 241-242 y *J. Mater. Chem.* 2000, **10**, 1457-1463. En estos ejemplos, la funcionalidad orgánica se introduce en la arcilla ensamblando un armazón de óxido/hidróxido de metal en la presencia de un organotrialcóxidosilano. Las partículas de la presente invención se producen preferiblemente según este procedimiento. Por lo tanto, las partículas son obtenibles preferiblemente por la hidrólisis de un organotrialcóxidosilano en la presencia de al menos un ión metálico di- o tri- valente en una solución alcohólica a un adecuado pH apropiado al ión metálico usado. La persona experta es fácilmente capaz de determinar un pH adecuado para la hidrólisis sobre la base de las enseñanzas de la técnica anterior. Por ejemplo, para magnesio, el pH es típicamente mayor de 7 y para aluminio estará típicamente en el intervalo de pH 5-12 (preferiblemente de 5,5 a 6,5).

Otras partículas funcionalizadas también son adecuadas para uso en la presente invención. Por ejemplo se pueden preparar organofosfatos metálicos (que incluyen circonio (que es preferido), titanio, hafnio, vanadio (V), magnesio (II), manganeso (II), calcio (II), cadmio (II), lantano (III), samario (III), cerio (III) e hierro (III)) por una reacción de precipitación que implica mezclar una solución del ión metálico y una solución de un ácido orgánico fosfórico o fosfínico. Resulta la cristalización de la estructura estratificada. Se describen rutas sintéticas de este tipo, por ejemplo, en *Acc. Chem. Res.*, 1992, **25**, 420-427, *Chem. Mater.* 1994, **6**, 2227, *Acc. Chem. Res.*, 1978, **11**, 163 y *Chem. Rev.*, 1988, **88**, 55. Organofosfatos de circonio y otros organofosfatos metálicos, comprenden típicamente, en cada capa, un plano de átomos metálicos unidos entre sí por grupos fosfonato. Los átomos metálicos preferiblemente están coordinados octaédricamente por átomos de oxígeno, con los tres átomos de oxígeno de cada tetraedro de fosfonato unidos a tres átomos metálicos diferentes.

Las partículas preferidas que se usan en esta invención son organoarcillas y más preferiblemente arcillas de tres capas que consisten en una capa central que contiene metal como en las análogas estructuras de tipo del talco, junto con grupos oxígeno e hidroxilo que enlazan por puentes y átomos de silicio en las dos capas exteriores. Sin embargo, a diferencia del talco, los átomos de silicio exteriores se unen a grupos orgánicos así como a átomos de oxígeno. Preferiblemente, una alta proporción (por ejemplo mayor de 50% numérica, más preferiblemente mayor de 75% numérica) de átomos Si en cualquier partícula dada de organoarcilla está enlazada covalentemente al menos a un átomo de carbono. Sin embargo, la estructura estratificada puede contener cantidades variables de átomos Si que no están enlazados covalentemente a un átomo de carbono y estas partículas también funcionarán eficazmente dentro del alcance de la invención.

Las organoarcillas comprenden preferiblemente átomos de silicio o fósforo, oxígeno, metal (por ejemplo, magnesio, níquel, circonio o aluminio o mezclas de los mismos) y, opcionalmente, hidrógeno, además de los grupos orgánicos funcionales y los grupos orgánicos funcionales en las partículas insolubles en agua.

Partículas preferidas de la invención pueden tener la fórmula general (sin los grupos funcionales)



en la que:

M es Mg, Ni, Cu o Al

x es 6 cuando M es Mg, Ni o Cu; y 4 cuando M es Al

y está entre 0 y 4

En un ejemplo particularmente preferido de la invención, la organoarcilla se puede representar por la fórmula $Mg_6 Si_8 R_8 O_{16} (OH)_4$, con una relación de silicio a magnesio de 1,33 y donde R es uno cualquiera de los grupos orgánicos funcionales adecuados enumerados anteriormente. De nuevo, las partículas se funcionalizan convenientemente en virtud de un enlace covalente directo Si-C creado durante la síntesis del material entero, no por post-modificación sintética (por ejemplo, injertando sobre la superficie de una partícula de arcilla preformada); esto permite que muchos más grupos orgánicos funcionales se incorporen a la superficie y/o dentro de las capas de la partícula.

El tratamiento del material textil con las composiciones de tratamiento de material textil de la invención comprende cualquier etapa en la que las composiciones se aplican al material textil.

Típicamente, la aplicación sucede con la composición en la forma de una dispersión o suspensión acuosa. Los tratamientos incluyen lavado del material textil.

El material textil comprende preferiblemente fibras sintéticas o no sintéticas o mezclas de las mismas. Fibras no sintéticas incluyen, por ejemplo, fibras celulósicas (por ejemplo, algodón) o proteináceas (por ejemplo lana o seda). Fibras sintéticas incluyen, por ejemplo, nailones y poliésteres.

La invención también se puede llevar a cabo en entornos no domésticos. Por ejemplo, el procedimiento de la invención puede implicar el tratamiento de material textil (antes o después de que se haya elaborado en artículos terminados tales como prendas de vestir) o a escala industrial.

- 5 Las partículas que tienen una estructura estratificada y que comprenden uno o más grupos orgánicos funcionales están presentes preferiblemente en la composición de tratamiento de material textil en una cantidad de 0,01% a 50% en peso de la composición; más preferiblemente están presentes en una cantidad de 0,1% a 20% en peso de la composición, lo más preferiblemente 0,1-10% en peso de la composición. Sin embargo, las partículas se pueden suministrar como concentrados por ejemplo para añadir a un baño de tratamiento, en cuyo caso las partículas pueden
10 estar presentes en concentraciones hasta 100%.

La composición de tratamiento de material textil contiene uno o más vehículos compatibles con textiles.

- 15 La naturaleza del vehículo compatible con textiles estará dictada en gran medida por la etapa en la que se usa la composición de la invención en el proceso de lavado, siendo las composiciones capaces de ser usadas, en principio, en cualquier etapa del proceso. Las composiciones son para uso como composiciones detergentes de lavado principal, lo que se prefiere, el vehículo o más vehículos compatibles con textiles comprenden un compuesto activo detergente.

- 20 Las composiciones de la invención comprenden preferiblemente un perfume, tal como del tipo que se usa convencionalmente en composiciones de cuidado de material textil. Las composiciones pueden estar en la forma de artículos empaquetados que se etiquetan para usarse en un proceso de lavado doméstico.

- 25 El vehículo compatible con textiles es un componente que puede ayudar en la interacción del primer componente con el material textil. El vehículo también puede proporcionar beneficios además de los proporcionados por el primer componente por ejemplo suavizado, limpieza.

- Si la composición de la invención se ha de usar antes, o después, del proceso de lavado puede estar en la forma de un producto de pulverización o de formación de espuma.

- 30 Los procesos de lavado de la presente invención incluyen la limpieza de materiales textiles a gran escala y a pequeña escala (por ejemplo domésticos). Materiales textiles adecuados incluyen materiales textiles que están en la forma de prendas de vestir. Preferiblemente, los procesos son domésticos.

35 *Compuestos activos detergentes*

- La composición de la presente invención está en la forma de una composición detergente, el vehículo compatible con los textiles se puede elegir entre jabón y compuestos activos detergentes no jabones aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros e híbridos, y mezclas de los mismos.

- 40 Muchos compuestos activos detergentes adecuados están disponibles y están completamente descritos en la bibliografía, por ejemplo, en "Surface- Active Agents and Detergents", Volúmenes I y II, por Schwartz, Perry y Berch.

- 45 Los vehículos compatibles con textiles preferidos que se pueden usar son jabones y compuestos sintéticos no jabones aniónicos y no iónicos.

- Los tensioactivos aniónicos son bien conocidos por los expertos en la técnica. Ejemplos incluyen alquilbenceno sulfonatos, particularmente alquilbenceno sulfonatos lineales que tienen una longitud de cadena alquílica de C₈-C₁₅; alquilsulfatos primarios y secundarios, particularmente alquilsulfatos primarios C₈-C₁₅; alquiléter sulfatos; olefinsulfonatos; alquilsileno sulfonatos; dialquil sulfosuccinatos; y sulfonatos de ésteres de ácidos grasos. Generalmente se prefieren sales sódicas.

- 50 Tensioactivos no iónicos que se pueden usar incluyen los etoxilados de alcohol primario y secundario, especialmente los etoxilados de alcoholes alifáticos C₈-C₂₀ con una media de 1 a 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, y más especialmente los etoxilados de alcoholes alifáticos primarios y secundarios C₁₀-C₁₅ con una media de 1 a 10 moles de óxido de etileno por mol de alcohol. Tensioactivos no iónicos no etoxilados incluyen alquilpoliglicósidos, monoéteres de glicerol, y polihidroxiamidas (glucamida).

- 55 Tensioactivos catiónicos que se pueden usar incluyen sales de amonio cuaternario de la fórmula general R₁R₂R₃R₄N⁺X⁻ en la que los grupos R son independientemente cadenas hidrocarbilo de longitud de C₁-C₂₂, típicamente alquilo, hidroxialquilo o grupos alquilo etoxilados, y X es un catión solubilizante (por ejemplo, compuestos en los que R₁ es un grupo alquilo C₈-C₂₂, preferiblemente un grupo alquilo C₈-C₂₂ o C₁₂-C₁₄, R₂ es un grupo metilo, y R₃ y R₄, que pueden ser iguales o diferentes, son grupos metilo o hidroxietilo); y ésteres catiónicos (por ejemplo ésteres de colina) y sales de piridinio.

- 65 La cantidad total de tensioactivo detergente en la composición es adecuadamente de 0,1 a 60% en peso por ejemplo 0,5 a 55% en peso, tal como 5-50% en peso.

ES 2 290 483 T3

Preferiblemente, la cantidad de tensioactivo aniónico (cuando está presente) está en el intervalo de 1 a 50% en peso de la composición total. Más preferiblemente, la cantidad de tensioactivo aniónico está en el intervalo de 3 a 35% en peso, por ejemplo 5 a 30% en peso.

- 5 Preferiblemente, la cantidad de tensioactivo no iónico, cuando está presente, está en el intervalo de 2 a 25% en peso, más preferiblemente de 5 a 20% en peso.

También se pueden usar tensioactivos anfóteros, por ejemplo óxidos de amina o betaínas.

- 10 Las composiciones pueden contener adecuadamente de 10 a 70%, preferiblemente de 15 a 70% en peso de agente mejorador de detergencia. Preferiblemente, la cantidad de agente mejorador de detergencia está en el intervalo de 15 a 50% en peso.

- 15 La composición detergente puede contener como agente mejorador de detergencia un aluminosilicato cristalino, preferiblemente un aluminosilicato de metal alcalino, preferiblemente un aluminosilicato sódico.

El aluminosilicato sódico generalmente se puede incorporar en cantidades de 10 a 70% en peso (base anhidra), preferiblemente de 25 a 50%. Los aluminosilicatos son materiales que tienen la fórmula general:

- 20
$$0,8 - 1,5 \quad M_2O. \quad Al_2O_3. \quad 0,8 - 6 \quad SiO_2$$

- 25 donde M es un catión monovalente, preferiblemente sodio. Estos materiales contienen algo de agua combinada y se requiere que tengan una capacidad de intercambio de ión calcio de al menos 50 mg CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO_2 en la fórmula anterior. Se pueden preparar fácilmente por reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, como se describe ampliamente en la bibliografía.

Ingredientes opcionales adicionales

- 30 Ingredientes opcionales adicionales en las composiciones de la invención incluyen disolventes no acuosos, vehículos de perfume, fluorescentes, colorantes, hidrótopos, agentes antiespumantes, agentes antirredeposición, enzimas, agentes blanqueadores ópticos, opacificantes, inhibidores de transferencia de color, agentes antiencogimiento, agentes antiarrugas, agentes antimanchas, germicidas, fungicidas, antioxidantes, absorbedores UV (pantallas solares), secuestrantes de metales pesados, agentes de barrido de cloro, fijadores de color, agentes anticorrosión, agentes que imparten drapeado, agentes antiestáticos, ayudas de planchado, sistemas blanqueadores, agentes de liberación de suciedad y arcillas de esmectita sin modificar. No se pretende que esta lista sea exhaustiva.

- 40 Las composiciones de la invención también pueden incluir un agente que produzca un aspecto perlescente, por ejemplo un compuesto orgánico perlescente tal como diestearato de etilenglicol, o pigmentos inorgánicos perlescentes tales como mica microfina o mica revestida de dióxido de titanio (TiO_2).

- 45 En las composiciones de la invención se puede incluir un agente antisedimentación. El agente antisedimentación, que reduce la tendencia de las partículas sólidas a separarse del resto de la composición líquida, se usa preferiblemente en una cantidad de 0,5 a 5% en peso de la composición. Compuestos organófilos de arcilla de amonio cuaternizado y sílices fumigadas son ejemplos de agentes antisedimentación adecuados.

- 50 Un ingrediente opcional adicional en las composiciones de la invención es un agente floculante que puede actuar como una ayuda que aporta deposición realzada de los ingredientes activos (tales como las partículas insolubles en agua) sobre el material textil. Agentes floculantes pueden estar en las composiciones de la invención en cantidades de hasta 10% en peso, basado en el peso de la organoarcilla. Agentes floculantes adecuados incluyen polímeros, por ejemplo polímeros y copolímeros de cadena larga que comprenden unidades que se repiten derivadas de monómeros tales como óxido de etileno, acrilamida, ácido acrílico, metacrilato de dimetilaminoetilo, alcohol de vinilo, vinilpirrolidona, etilenimina y mezclas de los mismos. Gomas tales como goma guar, opcionalmente modificada, también son adecuadas para uso como agentes floculantes.

- 55 Otras posibles ayudas de aportación para las partículas incluyen, por ejemplo, agentes reconstruidos solubles en agua o dispersables en agua (por ejemplo monoacetato de celulosa) que se describen en el documento WO 00/18860.

- 60 *Productos de tratamiento de material textil*

- 65 La composición de la invención puede estar en forma de líquido, sólido (por ejemplo polvo o tableta), gel o pasta, pulverizador, barra, o una espuma o esponjado. Ejemplos incluyen un producto para remojado, un tratamiento de aclarado (por ejemplo acondicionador o agente de acabado) o un producto para el lavado principal. La composición también puede aplicarse a un sustrato por ejemplo una lámina flexible, o usarse en un dispensador que se puede usar en el ciclo de lavado, en el ciclo de aclarado o durante el ciclo de secadora.

ES 2 290 483 T3

Las composiciones pueden incluir componentes adjuntos que imparten otras propiedades beneficiosas a los productos, por ejemplo lubricantes tales como siliconas, agentes antiarrugas, tales como sales de litio, e ingredientes de perfumes, tales como ciclodextrinas y fragancias.

- 5 La invención se describirá ahora por vía solamente de ejemplo y con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes. En los ejemplos y a lo largo de esta memoria de patente todos los porcentajes son porcentajes en peso a menos que se indique otra cosa.

10 En los siguientes ejemplos la estimación de los suavizantes de material textil y el efecto de lubricación de los aditivos de arcilla se realizó por cizalladura de Kawabata según se describe, por ejemplo, en Melliand Textilberich 67 (1986) págs. 509-516. Se probaron las muestras usando una máquina Kawabata KES-FBI, Kato Tech Corporation Ltd. Japón. En esta máquina se fijan las muestras entre dos mordazas que son movibles una con relación a la otra.

- 15 Para cada prueba, se usaron seis replicados (20 cm cuadrados).

Después del tratamiento o los tratamientos, las muestras se secaron y se plancharon en plano.

- 20 Se dejaron acondicionar las muestras durante 24 horas antes de la prueba. Todas las pruebas se realizaron en una habitación de prueba a 65% de H.R. y 20°C.

El espécimen se somete a deformación por cizalladura cíclica siendo el máximo desplazamiento (ángulo de cizalladura) de 8°.

- 25 La rigidez de la cizalladura se correlaciona altamente con lo apretado de la construcción del material textil y la fricción entre los hilos en los contactos hilo/hilo. La histéresis de la cizalladura se relaciona directamente con la magnitud de las fuerzas de fricción que actúan entre los hilos y se correlaciona altamente con la suavidad percibida en algunas construcciones de materiales textiles. A partir del bucle de histéresis de la cizalladura, se obtienen los siguientes parámetros.

- 30 G: rigidez del material textil en la cizalladura. Pendiente de la curva de histéresis entre un ángulo de cizalladura de 0,5° y 2,5° - se toma una media de las regiones positivas y negativas de la curva.

- 35 2HG: anchura del bucle de histéresis a un ángulo de cizalladura de 0,5° - se toma una media de los valores medidos a 0,5° y -0,5°.

2HG5: anchura del bucle de histéresis a un ángulo de cizalladura de 5° - se toma una media de los valores medidos a 5° y -0,5°.

- 40 Se estimó el efecto comparativo de suavizantes/lubricación por histéresis de cizalladura a un ángulo de cizalladura de 5° (2HG5). Una disminución en la histéresis de cizalladura refleja comportamiento aumentado de suavidad/lubricación.

- 45 Ejemplos 1-5

Síntesis estándar de organo(filosilicatos) de magnesio

- 50 Los ejemplos 1 a 5 emplearon una aproximación directa en una etapa, en la que se precipitaron productos a partir de soluciones alcohólicas básicas. Típicamente, se cargó cloruro de magnesio hexahidrato $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a un recipiente de reacción y se añadió etanol/metanol. Se empleó agitación para disolver la sal de magnesio. Se añadió organotrialcóxido silano, bajo agitación rápida, seguido inmediatamente por adición de solución de hidróxido sódico (0,05 M). La mezcla de reacción resultante se agitó a temperatura ambiente durante un mínimo de 1 hora. El producto de la reacción se aisló por filtración o centrifugación y se lavó con agua y etanol copiosos. Los productos se pueden 55 retener como una suspensión en agua, secar al aire con o sin calentamiento, secar bajo vacío con o sin calentamiento o secar por congelación.

- 60 La cantidad de organotrialcóxido silano añadida en cada caso fue igual a la cantidad estequiométrica requerida para sintetizar materiales con $\text{Si/Mg} = 1,33$. En la síntesis se emplearon relaciones molares de aprox. $\text{Si} : \text{Mg} : \text{OH} = 1 : 0,75 : 0,90$.

En los Ejemplos 1 a 5 se usaron los siguientes precursores de partida:

65

	Ejempl o	Precursor de organotrialcoxisilano
Según la invención	1	Cloruro de octadecildimetil (3- trimetoxisililpropil) amoni o
No según la invención	2	Hexiltriétosisilano
	3	Octiltriétosisilano
	4	Dodeciltriétosisilano
	5	(3- glicidoxipropil) trimetoxis ilano

El ejemplo 5 no es un material para uso en tratamiento de material textil en conformidad con la invención pero es un ejemplo de una arcilla que tiene un grupo funcional que se puede usar en una reacción para introducir grupos funcionales en conformidad con la invención.

Ejemplos 6 a 8

Síntesis alcohólica, exenta de base de (organo)filosilicatos de magnesio que contienen amino

Los ejemplos 6 a 8 emplearon un procedimiento alternativo para preparación de organoarcillas de magnesio que contienen amino, emplearon condiciones alcohólicas, exentas de base. Cloruro de magnesio hexahidrato, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, se disolvió en etanol o metanol y se añadió organotrialcoxisilano con agitación rápida. El enturbiamiento inmediato de la solución fue seguido por precipitación copiosa que continuó después de 5 minutos de agitación. La mezcla de reacción se dejó agitando a temperatura ambiente durante un mínimo de 1 hora. El producto de la reacción se aisló por filtración y se lavó a fondo con etanol. Los productos de la reacción se pueden redispersar en etanol o agua y se pueden retener como una suspensión, secar al aire con o sin calentamiento, secar bajo vacío con o sin calentamiento o secar por congelación.

La cantidad de organotrialcoxisilano añadida en cada caso fue igual a la cantidad estequiométrica requerida para sintetizar materiales con $Si/Mg = 1,33$.

En los Ejemplos 6 a 8 se usaron los siguientes precursores de partida:

	Ejempl o	Precursor de organotrialquilsilano
No según la invención	6	3-aminobutiltriétosisilano
	7	4-aminobutiltriétosisilano
	8	Cloruro de N- trimetoxisililpropil- N,N,N-trimetlamonio

ES 2 290 483 T3

Ejemplos 9 a 16

Son según la invención

- 5 Se aprovechó la utilidad del grupo 3-glicidoxipropil epóxido colgante sobre la arcilla del Ejemplo 5 (arcilla de epóxido) para post-funcionalización por nucleófilos para introducir grupos funcionales alternativos.

Ejemplo 9

10

- El grupo epóxido se abrió por el anillo inicialmente calentando con un exceso de etilendiamina para dar una arcilla terminada en amina. Después de extracción continua con acetona la arcilla seca contenía nitrógeno por análisis elemental. La aminoarcilla preparada se hizo reaccionar a continuación con anhídrido succínico para dar una arcilla con una funcionalidad ácida, el FTIR de la arcilla mostró evidencia de estiramiento de amida y carbonilo de ácido carboxílico.

15

Ejemplos 11 a 12

- 20 La funcionalización de la arcilla de epóxido con polietilenglicoles amino-terminales (Jeffaminas) fue análoga a la reacción de la arcilla con etilendiamina, de modo que las aminas se calentaron con una solución en exceso de aminas oligómeras y se extrajeron exhaustivamente después de la funcionalización. La unión covalente de los oligómeros se mostró por la presencia de nitrógeno en el análisis elemental. En total se hicieron reaccionar tres variantes de Jeffamina; dos α , ω -diaminas con pesos moleculares de 2.000 (Ejemplo 10) y 3.000 (Ejemplo 11) y una monoamina con un peso molecular de 1.000 (Ejemplo 12).

25

Ejemplos 13 a 16

- 30 Se prepararon arcillas funcionalizadas con polidimetilsiloxano (PDMS) por vía de la reacción de las arcillas de epóxido con oligómeros PDMS α , ω -diamino PDMS (pm 900, 2.000 y 3.000) (Ejemplos 13 a 15) y α , ω -diamino (Ejemplo 16). En el caso de la diamina simplemente el calentamiento de la arcilla de epóxido con la diamina fue suficiente para abrir el epóxido por el anillo mientras que el diol requirió el uso de 1 equivalente de hidruro sódico para formar el alcóxido más nucleófilo.

35

Ejemplo 17

Síntesis de arcilla que tiene el grupo funcional $-C_3(PEG)_{6-9}OCH_3$

40

- Se cargó cloruro de magnesio hexahidrato a un recipiente de reacción y se añadió etanol o metanol. Se empleó agitación para disolver la sal de magnesio. Se añadió organotrioxisilano, 2-[metoxi(polietilenoxi)propil] trimetoxisilano, bajo agitación rápida, seguido inmediatamente por la adición de solución de hidróxido sódico (0,05 M). La mezcla de reacción se agitó a temperatura ambiente durante un mínimo de una hora. Se eliminaron etanol y metanol de la mezcla de reacción por evaporación rotatoria y la mezcla resultante se secó por congelación.

45

La cantidad de organotrioxisilano añadida en el experimento fue igual a la cantidad estequiométrica requerida para sintetizar materiales con Si/Mg = 1,33. En la síntesis se emplearon relaciones molares de aprox. Si : Mg : OH = 1 : 0,75 : 0,90.

50

Ejemplo 18

Síntesis de una arcilla con grupo funcional mixto

55

- Se cargó cloruro de magnesio hexahidrato a un recipiente de reacción y se agitó para disolución. Se añadieron dos organotrioxisilanos bajo agitación rápida, seguidos inmediatamente por la adición de solución de hidróxido sódico (0,05 M). La mezcla de reacción resultante se agitó a temperatura ambiente durante un mínimo de una hora. El producto de la reacción se aisló por filtración y lavado con etanol. El producto sólido se secó a temperatura ambiente.

60

Se usó una mezcla 50:50 estequiométrica de 2-[metoxi(polietilenoxi)propil] trimetoxisilano y cloruro de octadecil-dimetil(3-trimetoxisililpropil) amonio en cantidades iguales para un Si/Mg = 1,33 global. En la síntesis se emplearon relaciones molares de aprox. Si : Mg : OH = 1 : 0,75 : 0,90.

65

ES 2 290 483 T3

Ejemplo 19

Aportación de arcilla funcionalizada a partir de una composición detergente líquida

5 Se usó la siguiente composición detergente:

Tensioactivos aniónicos 20%
(bencilsulfonato sódico + alcohol EO sulfato sódico)

10 Tensioactivo no iónico (etoxilato de alquilo) 5%

Citrato sódico 4%

15 Ingredientes menores: enzimas, sistemas estabilizantes de enzimas, fluorescente, hasta 100%
perfumes, agua, etc. para completar

20 *Procedimiento de lavado*

Se emplearon las siguientes condiciones de lavado:

Producto Formulación líquida de lavado de material textil (A) 1,69 g/litro

25 Arcilla funcionalizada 0, 2,5, 5 y 10% en peso de formulación (A)

Material textil Dos piezas de ensayo de algodón de Oxford que medían 40 x 40 cm cortadas en cuadrados de 20 x 20 cm, peso total de 40 g de material textil, la dirección de la urdimbre se marcó en cada pieza con tinta indeleble.

30 Baño de lavado 950 ml de agua desmineralizada y 50 ml de agua desmineralizada que contiene el nivel requerido de arcilla funcionalizada, relación global de baño de lavado a tela 25:1

35 Aparato Tergotometer ajustado a 75 rpm

Tiempo de lavado 15 minutos

40 Temperatura de lavado 35°C

Después del lavado Se retira el material textil, se escurre para retirar el exceso de agua, y se deja drenar

45 Aclarado 1 litro de agua desmineralizada, relación de baño de lavado a tela 25:1, aclarado de 5 minutos

Temperatura de aclarado 25°C

50 Ciclo de centrifugado Cada conjunto de piezas de ensayo de material textil se centrifugó individualmente (para evitar la contaminación cruzada) en una secadora centrífuga durante 30 segundos.

Secado por volteo Cada conjunto de piezas de ensayo de material textil se secó individualmente con ajuste normal

55

Evaluación

60 Las piezas de algodón de Oxford se acondicionaron durante 24 horas a 20°C y 65% H.R. Se midió la histéresis de cizalladura (2HG5) de 6 piezas de material textil en el centro de cada pieza en la dirección de la urdimbre. Se calcularon la media de 2HG5 y la desviación típica para cada tratamiento. Los tratamientos solamente se pueden comparar dentro del experimento.

65

ES 2 290 483 T3

	Según la invención	No según la invención			
Prueba	1	2	3	4	5
Aditivos	Arcilla del Ejemplo 1 2HG5	Arcilla del Ejemplo 8 2HG5	Arcilla del Ejemplo 4 2HG5	Arcilla del Ejemplo 3 2HG5	Arcilla del Ejemplo 6 2HG5
Formulación líquida de lavado de material textil (A)	5,64	6,4	5,78	6,49	6,39
Formulación (A) + aditivo 2,5%	5,43	5,81	5,75	6,01	6,4
Formulación (A) + aditivo 5%	5,16	5,89	5,76	6,16	5,9
Formulación (A) + aditivo 10%	5,27	6,16	5,05	6,02	5,87

Los resultados demuestran claramente una reducción en 2HG5 cuando se incluyen en la composición detergente los aditivos de la invención.

Ejemplo 20

Según la invención

Comportamiento de arcillas funcionalizadas en aplicación de lavado principal y aclarado

Se llevó a cabo un experimento de lavado simulado. Se calentaron a 40°C 200 ml de agua del suministro local de la ciudad. Se añadieron cuatro cuadrados (20x20 cm) de popelín de algodón sin resina (20 g) al bote del Linitest. Se continuó el lavado (con agitación) durante 30 minutos. Los materiales textiles se sometieron a dos aclarados con agua fría durante 5 minutos cada aclarado. Los materiales textiles se secaron por volteo, se recortaron a 17x17 cm y se acondicionaron durante varias horas en una habitación de humedad controlada.

Se usaron las siguientes composiciones detergentes y acondicionadoras de material textil:

Formulación B

Composición detergente de lavado de prueba (detergente granular)

	% Peso
Na-LAS	10
No iónicos 7EO + 3EO	6
Zeolita A4	35
Carbonato sódico	7
Completada	hasta 100% con agua

ES 2 290 483 T3

Formulación C

Formulación acondicionadora de material textil: formulación acondicionadora de prueba

		% Peso
5	HEQ*	11
	Coco 20EO	1
	Ácido graso se sebo	1
10	Ingredientes menores: perfume, estabilizantes	<5
	Agua desionizada para completar	hasta 100%

* propanocloruro de (seboiloxi endurecido) trimetilamonio

Se realizaron las siguientes pruebas:

6. 1,0 g Formulación B + 7% arcilla de esmectita (QPC) 200 g) en formulación aplicada en el lavado principal.

7. 1,0 g Formulación B añadida junto con 7% de arcilla funcionalizada del Ejemplo 1 en la formulación.

8. 1,0 g Formulación B añadida al inicio del lavado. 0,5 mL Formulación C aplicada en el aclarado final para dar niveles activos máximos teóricos de 0,3% sobre el peso de material textil.

9. 1,0 g Formulación B añadida al inicio del lavado. 0,06 g de arcilla funcionalizada del Ejemplo 1 añadida en el aclarado final.

Resumen experimental

Prueba	Lavado principal		Aclarado final	
	Composición en polvo granulada	Aditivo (% en formulación)	Ingrediente (% max sobre peso textil)	Histéresis de cizalladura. 2HG5
6	Formulación (B)	QPC 200G (7%)	-	7,6
7	Formulación (B)	Arcilla de Ejemplo 1	-	7,1
8	Formulación (B)	-	Formulación (C) (0,3%)	6,4
9	Formulación (B)	-	Arcilla de Ejemplo 1 (0,3%)	6,0

Las pruebas 6 y 7 comparan el comportamiento entre arcilla de esmectita sin modificar y la arcilla del Ejemplo 1 en el lavado principal.

Las pruebas 8 y 9 comparan el comportamiento entre un acondicionador estándar de material textil y la arcilla del Ejemplo 1 en el aclarado a niveles de activo aproximadamente equivalentes.

En cada caso la presencia de arcilla en conformidad con la invención proporciona una mejora significativa.

ES 2 290 483 T3

Ejemplo 21

Según la invención

5 *Comportamiento de arcilla funcionalizada aportada desde una formulación líquida de lavado de material textil*

Procedimiento de lavado

Cargas de lavado

10 20 monitores de algodón de Oxford punteado de 40x40 cm (de Textile Innovators -TIC 410) y 20 monitores de popelín de algodón sin resina de 40x40 cm (de Phoenix Calico)

15 se usó un lastre para completar el peso de la carga hasta 2,7 Kg (piezas de algodón tejido de 100x100 cm)

Condiciones de lavado

lavado a 32°C (12 mins), agua de EE.UU de 6°HF, 65 por lavado (máquina Wirlpool US)

20 4 cargas por tratamiento; monitores y lastre de refresco usados para cada lavado.

cada carga se secó por volteo después de cada lavado durante 60 mins (secadora eléctrica Wirlpool US, presión permanente/ajuste fuerte)

25 las cargas se retiraron inmediatamente después de que se parara la secadora por volteo

Tratamientos

Formulación A de Ejemplo 19 (110 g)

30 Formulación A (100 g) + arcilla de Ejemplo 1 (10 g)

Formulación A (100 g) + arcilla de esmectita (Gelwhite GP) (10 g)

Evaluación

La estimación de arrugas se hizo después de lavados únicos para cada formulación sobre construcciones de materiales textiles de algodón tanto de popelín como de Oxford.

40 Los monitores se compararon en panel frente a una escala interna de arrugas que oscila de 0-10; donde 0 es arrugado cero y 10 es arrugado fuerte.

Una selección de monitores lavados de Oxford y popelín también se midió usando cizalladura de Kawabata (una medida de la lubricación).

Resultados

50		Puntuaciones de arrugas medias (escala de arrugas 0-10)		Puntuaciones Kawabata medias (2HG5)	
55		Oxford	Popelín	Oxford	Popelín
	Formulación A	6,0	4,1	6,9	5,8
60	Formulación A + arcilla Gelwhite	5,9	3,9	6,6	5,7
65	Formulación A + arcilla de Ejemplo 1	5,3	2,6	5,4	5,3

ES 2 290 483 T3

Puntuaciones de arrugas

La diferencia entre los resultados para la Formulación A y para la Formulación A + arcilla funcionalizada de la invención cuando se promedian sobre todas las pruebas de lavado único fue aproximadamente 0,7 unidades en la escala 0-10 sobre monitores de algodón de Oxford y 1,5 unidades de escala sobre monitores de algodón de popelín. Así, estos resultados demuestran claramente una reducción en el arrugado cuando se incluye una arcilla funcionalizada de la invención en la composición detergente.

Puntuaciones Kawabata

Los resultados de las mediciones Kawabata llevadas a cabo sobre monitores después de un lavado único ilustran el nivel de lubricación aumentado aportado a materiales textiles cuando una arcilla funcionalizada de la invención se incluye en la composición detergente.

REIVINDICACIONES

1. Composición detergente que comprende un vehículo compatible con textiles que se elige entre jabón y compuestos detergentes no jabones aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfóteros e híbridos y mezclas de los mismos, y partículas que tienen una estructura estratificada que comprende átomos de oxígeno y átomos de silicio y/o fósforo, y que comprende grupos orgánicos funcionales que se unen a átomos de silicio y/o fósforo en las capas por enlaces covalentes directos entre los átomos de silicio y/o fósforo y un átomo de carbono,

caracterizada porque los grupos funcionales se seleccionan entre:

(i) un grupo de la fórmula:



en la que:

Y comprende un grupo alquilo o alquileo de cadena larga de 8 a 20 átomos de carbono, interrumpida por uno o más heteroátomos que se seleccionan entre N, O y S con la condición de que haya al menos 3, preferiblemente al menos 4, átomos de carbono por cada heteroátomo en la cadena, estando Y unido a dicho átomo de silicio o fósforo a través de un átomo de carbono, y

T representa H o un grupo alquilo, éter, ácido carboxílico, sulfonato, sulfato, fosfato o fosfonato

(ii) un grupo de la fórmula

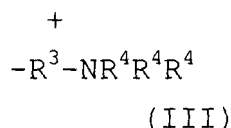


en la que:

R^1 representa un grupo alquileo de al menos 4 átomos de carbono,

cada R^2 es independientemente alquilo inferior y $-NR^2R^2$ es preferiblemente, pero no necesita ser, un grupo terminal;

(iii) un grupo de fórmula:

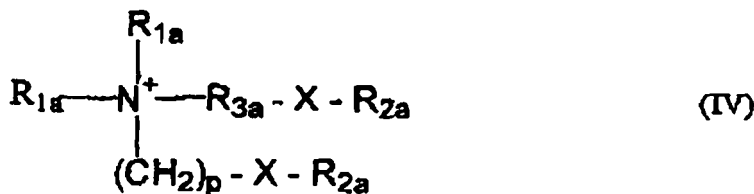


en la que:

R^3 representa un grupo alquileo de al menos 3 átomos de carbono,

cada R^4 se selecciona independientemente entre grupos alquilo de 1 a 25 átomos de carbono con la condición de que al menos un R^4 sea alquilo inferior de 1 a 16 átomos de carbono,

(iv) un grupo de la fórmula



en la que

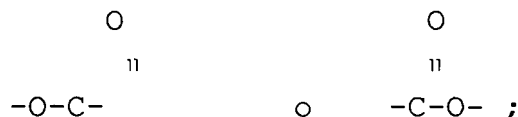
cada grupo R_{1a} se selecciona independientemente entre grupos alquilo o hidroxialquilo C_{1-4} o grupos alquileo C_{2-4} ;

ES 2 290 483 T3

cada grupo R_{2a} se selecciona independientemente entre grupos alquilo o alquenilo C_{8-28} ;

R_{3a} es un grupo alquileo lineal o ramificado de 1 a 5 átomos de carbono,

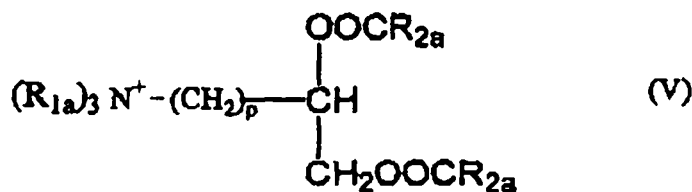
X es



y p es 0 ó es un número entero de 1 a 5,

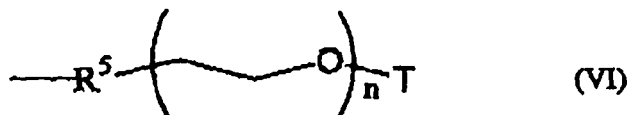
con la condición de que uno de R_{1a} y R_{2a} sea un grupo alquileo de al menos 3 átomos de carbono unido a dicho átomo de silicio o de fósforo;

(v) un grupo de la fórmula:



en la que R_{1a} , p y R_{2a} son como se han definido anteriormente;

(vi) un grupo de la fórmula:



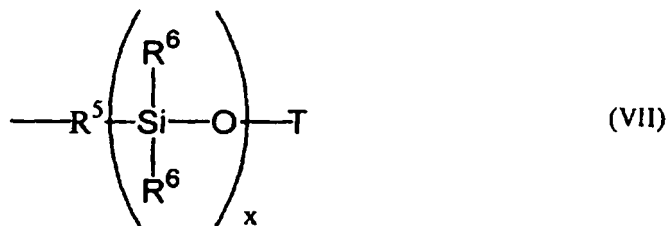
en la que:

T es como se ha definido anteriormente,

R^5 representa un grupo de al menos un átomo de carbono, preferiblemente de al menos 3 átomos de carbono, que puede estar interrumpido por uno o más heteroátomos que se seleccionan entre N, O y S con la condición de que haya al menos 3 átomos de carbono por cada heteroátomo,

n es un número entero de al menos 6; y

(vii) un grupo de la fórmula:



en la que:

T y R^5 son como se han definido anteriormente,

ES 2 290 483 T3

cada R⁶ representa independientemente un grupo alquilo, un grupo alquilo fluorado, un grupo alquilo amino sustituido, un grupo alquilo sustituido con un resto azúcar, o una cadena lateral que comprende una cadena etoxilada y/o propoxilada, y

x es un número entero de al menos 5.

2. Una composición según se describe en la reivindicación 1, en la que

-Y-T es un grupo alquilo de 6 a 20 átomos de carbono.

3. Una composición según se describe en la reivindicación 1, en la que cada R² es alquilo inferior de 1 a 6 átomos de carbono.

4. Una composición según se describe en la reivindicación 1, en la que al menos uno de los R² es un grupo alquilo de al menos 8 átomos de carbono.

5. Una composición según se describe en la reivindicación 4, en la que cada R² es un grupo alquilo de al menos 8 átomos de carbono.

6. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, en la que las partículas comprenden dos o más grupos funcionales diferentes que se seleccionan de las fórmulas (I) a (VII).

7. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, en la que las partículas comprenden capas que comprenden adicionalmente átomos que se seleccionan entre magnesio, aluminio, níquel, circonio y mezclas de los mismos.

8. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, en la que las partículas son de una arcilla en la que se han introducido los grupos orgánicos funcionales durante la formación de la arcilla.

9. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, en la que las partículas son de un organofilosilicato.

10. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, que es una composición detergente para lavado principal y en la que el vehículo compatible con textiles comprende un compuesto activo detergente.

11. Una composición según se describe en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que es un acondicionador de material textil que comprende uno o más agentes suavizantes o acondicionadores de material textil.

12. Una composición según se describe en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende uno o más componentes adicionales que se seleccionan entre agentes mejoradores de detergencia y enzimas.

13. Una composición según se describe en cualquier reivindicación precedente, que comprende de 0,01% a 50% en peso de las partículas.

14. Una composición según se describe en la reivindicación 13, que comprende de 0,1% a 20% en peso de las partículas.

15. Uso de partículas según se han definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en el tratamiento de un material textil.

16. Uso de partículas según se han definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 para tratar un material textil para proporcionar al material textil propiedades lubricantes realizadas.

17. Uso de partículas según se han definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 para tratar un material textil para disminuir la cizalladura de Kawabata del material textil medida según la Prueba de Cizalladura de Kawabata que se define en este documento.

18. Uso de partículas según se han definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 para tratar un material textil para proporcionar suavidad mejorada y/o facilidad de planchado y/o propiedades antiarrugas y/o propiedades antiabrasión.

19. Uso de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 en el tratamiento de un material textil.

20. Uso de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para tratar un material textil para proporcionar al material textil propiedades lubricantes realizadas.

ES 2 290 483 T3

21. Uso de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para tratar un material textil para disminuir la cizalladura de Kawabata del material textil medida según la Prueba de Cizalladura de Kawabata que se define en este documento.

5 22. Uso de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para tratar un material textil para proporcionar suavidad mejorada y/o facilidad de planchado y/o propiedades antiarrugas y/o propiedades antiabrasión.

10 23. Uso según se describe en una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 22, en el que el tratamiento es parte de un proceso de lavado doméstico.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65