



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0509682-0 B1



(22) Data de Depósito: 17/03/2005

(45) Data da Concessão: 01/09/2015
(RPI 2330)

(54) Título: SISTEMA DE LIBERAÇÃO, E, MÉTODOS PARA LIBERAR UM AGENTE ATIVO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM ALVO E PARA LIBERAR UM AGENTE DE TRATAMENTO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUAS EM UM MATERIAL TÊXTIL

(51) Int.Cl.: C11D17/04

(30) Prioridade Unionista: 08/04/2004 GB 0408012.3

(73) Titular(es): Unilever N.V.

(72) Inventor(es): Brodyck James Lachlan Royles, Craig Warren Jones, Michael Douglas Eason, Michael Stephen White, Steven Paul Rannard

“SISTEMA DE LIBERAÇÃO, E, MÉTODOS PARA LIBERAR UM AGENTE ATIVO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM ALVO E PARA LIBERAR UM AGENTE DE TRATAMENTO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM MATERIAL TÊXTIL”

5 A presente invenção refere-se a um sistema e a um método para a liberação controlada de um agente ativo líquido para lavagem de roupas e envolve encapsulação e interações de polímero-tensoativo. A invenção também pode ser usada na liberação controlada de agentes ativos úteis na lavagem de roupas.

10 Encapsulação de um agente ativo por um filme polimérico é conhecida como um método para retardar a liberação do agente ativo para dentro do ambiente circundante. Tais métodos têm sido utilizados em numerosos campos, incluindo aqueles da medicina, de agentes agroquímicos, e de cuidados doméstico e pessoal.

Muitos tipos de filmes poliméricos solúveis em água têm sido usados para encapsulação, incluindo polióis tais como poli(vinil-álcool) (daqui em diante referido como "PVOH").

20 EP-A-518689 descreve um sistema de liberação para materiais perigosos (por exemplo pesticidas) compreendendo um filme de PVOH encapsulando uma composição compreendendo o material perigoso.

EP-B-389513 descreve xaropes aquosos concentrados dentro de filmes de PVOH, a concentração do xarope sendo efetiva para prevenir a dissolução do filme.

25 EP-A-700989 descreve uma composição detergente para lavagem de louça envolvida por filme de PVOH, na qual o filme protege o detergente da dissolução até o ciclo de lavagem principal da máquina lavadora de louça.

WO-A-97/27743 descreve uma composição agroquímica embalada em um sachê solúvel em água, que pode ser PVOH.

5 GB-A-2118961 descreve preparações em batelada embaladas em filme de PVOH, enquanto que EP-B-347221 refere-se aos sachês solúveis em água de materiais fitossanitários que estão embalados em um pacote secundário insolúvel em água com um ambiente úmido sendo mantido entre os dois.

EP-A-593952 descreve um sachê solúvel em água de PVOH com duas câmaras e um agente de tratamento para lavagem dentro de cada câmara.

10 EP-A-941939 refere-se ao uso de uma embalagem solúvel em água, que pode ser PVOH, contendo uma composição que, quando dissolvida, produz uma solução de composição conhecida.

EP-B-160254 refere-se a um aditivo de lavagem compreendendo uma mistura de constituintes detergentes em um saco de PVOH. O detergente compreende um tensoativo não-iônico um composto de amônio quaternário.

15 GB-A-2305931 descreve um sachê de roupas dissolúvel e BE-9700361 refere-se a um agente limpador de dose unitária solúvel em água, especialmente para limpeza de mãos.

DE-29801621 descreve uma dose unitária solúvel em água para máquinas lavadoras de louça.

20 US-4846992 descreve um detergente de roupas duplamente embalado no qual a embalagem interna é solúvel em água e pode ser PVOH.

EP-B-158464 refere-se a um pó detergente embalado em PVOH e DE-A-19521140 descreve um sachê de PVOH solúvel em água contendo uma composição detergente.

25 FR-2601930 refere-se a um sachê solúvel em água contendo qualquer substância, particularmente um fármaco.

Também é conhecida uma variedade de tipos de filmes de PVOH solúveis em água. Por exemplo, EP-B-157162 refere-se a um filme auto-suportável compreendendo uma matriz de PVOH possuindo microdomínios borrachosos dispersados no mesmo.

WO-A-96/00251 refere-se a um copolímero enxertado anfipático compreendendo uma estrutura principal hidrofóbica com sítios de enxerto nos quais são enxertados um polímero hidrofílico preparado a partir de um monômero hidrofílico contendo íons iônicos estabilizadores independentes de pH.

GB-B-2090603 refere-se a um filme solúvel em água compreendendo uma mistura uniforme de um poli(ácido acrílico) e um poli(acetato de vinila) parcialmente hidrolisado.

WO-A-97/00282 refere-se a um filme solúvel em água combinando dois ingredientes poliméricos S e H no qual S é um copolímero de adição olefínico ácido-funcional mole possuindo uma Tg menos do que 20°C e H é um copolímero de adição olefínico ácido-funcional duro possuindo uma Tg menos do que 40°C. A razão de S:H é de 90:10 a 65:35 e as funcionalidades ácidas estão pelo menos parcialmente neutralizadas para tornar o filme solúvel em água.

EP-B-79712 refere-se a um aditivo de lavagem de roupas para descarga em uma lavagem contendo íons borato. O aditivo está encerrado dentro de um filme de PVOH que está plastificado e possui como um agente de solubilização quer um composto poli-hidroxilado (tal como sorbitol) quer um ácido (tal como poli (ácido acrílico)).

EP-B-291198 refere-se a um filme solúvel em água contendo um aditivo contendo borato ou alcalino. O filme é formado a partir de uma resina copolimérica de vinil-álcool possuindo 0-10% em mol de grupos acetato residuais e 1-6% em mol de um comonômero aniônico não hidrolisável. FR-2724388 descreve uma garrafa, um frasco ou um tambor solúvel em água feita(o) de PVOH que está plastificada(o) com 13-20% de plastificante (tal como glicerol) e então é moldada(o).

Os relatórios descritivos de Pedidos de Patente Internacionais WO-A-00/55044, WO-A-00/55045, WO-A-00/55046, WO-A-00/55068, WO-A-

00/55069 e WO-A-00/55015 descrevem embalagens solúveis em água contendo uma substância fluida (definida como um líquido, um gel ou uma pasta) que são envelopes horizontais de formação-enchimento-vedação (HFFS). Estas embalagens compreendem uma porção de parede de corpo
5 possuindo um volume interno e que é preferivelmente de forma de domo, formada de urna primeira folha, e uma porção de parede de base superposta, formada de uma segunda folha, selada na porção de parede de corpo.

Uma embalagem de PVOH contendo uma composição detergente líquida para lavagem de roupas compreendendo de cerca de 10% a cerca de
10 24% em peso de água (mas 3,57% no único exemplo) é descrita em US-A-4.973.416.

EP0283180 descreve a preparação de filmes de dissolução muito rápida com um grau alto de hidrólise.

WO-A1-97/19961 descreve polímeros de solubilidade alta, feitos
15 de PVOH copolimerizado com grupos carboxilato, e possuindo algum grau de lactonização. Estes materiais se dissolvem rapidamente em solução detergente. Não há referência nem sugestão de controle da solubilidade usando tensoativos de lavagem.

EP0284334 refere-se aos filmes compreendendo uma mistura de
20 PVOH e alquil-celuloses com um sal de metal, tal como borato, para produzir uma bolsa de colocar em funcionamento. A alquil-celulose está presente para responder à temperatura de tal modo que em temperaturas de enxágue baixas ela é mais solúvel do que em temperaturas altas associadas com o ciclo de lavagem. A reticulação com borato proporciona sensibilidade ao pH. Ainda
25 mais, este documento descreve que os tensoativos aniônicos possuem efeito muito pequeno sobre ou até mesmo aumentam a velocidade de dissolução do filme.

GB2358382 refere-se aos componentes moldados por sopro rígidos feitos de PVOH.

AT408548 refere-se aos materiais de PVOH que contêm reforçadores para a melhoria da detergência durante o ciclo de lavagem.

Quando se formula um produto líquido de dose unitária do tipo no qual uma formulação substancialmente não-aquosa é encapsulada em um filme solúvel em água, provavelmente o desafio mais difícil é a conservação da integridade física e da estabilidade do filme. Uma abordagem para este problema é descrita em WO-A1-01/79417, que envolve substancialmente neutralizar, ou sobre-neutralizar quaisquer componentes ácidos na composição líquida, especialmente quaisquer ácidos graxos e/ou precursores de ácido do tensoativo aniônico. Contudo, esta abordagem é específica para encapsulação usando um filme solúvel em água baseado em PVOH que inclui unidades comonoméricas possuindo funcionalidade carboxila.

Conservação da integridade dos filmes que contêm composições amaciantes de tecido para uso no ciclo de enxágue é particularmente desafiadora porque composições amaciantes comerciais são em geral aquosas e tendem a interagir indesejavelmente com embalagem solúvel em água causando um enfraquecimento do filme e potencialmente quebra prematura, por exemplo, durante armazenagem.

Um modo de solucionar este problema é descrito em US 4765916 que envolve proporcionar um filme solúvel em água polimérico reticulado, preferivelmente um borato.

Se o produto for usado para liberar uma composição amaciante de tecido, é importante que o conteúdo seja liberado principalmente durante o ciclo de enxágue.

No caso de denominadas máquinas lavadoras de “carregamento por cima”, nas quais o produto condicionador de tecido é tipicamente dosado diretamente para dentro do, cesto da máquina lavadora, isto normalmente requer que o consumidor esteja presente tanto no início do ciclo de lavagem

quanto no início do ciclo de enxágue para dosar os produtos de lavagem e de enxágue respectivamente.

Consequentemente, é desejável que haja a capacidade para proporcionar um produto que pode ser dosado para dentro de um cesto de máquina lavadora no início do ciclo de lavagem, mas que não dispensa ou libera seu conteúdo até o ciclo de enxágue.

Um modo de solucionar este problema é descrito em WO-A1-02/102956, no qual uma embalagem solúvel em água é proporcionada a qual é solúvel em resposta, por exemplo, à mudança em pH e/ou em força iônica do licor de lavagem para o licor de enxágue. Contudo, a variedade de máquinas e de condições de lavagem significa que as mudanças em pH e/ou em força iônica podem variar enormemente. Portanto, também é desejável proporcionar uma embalagem solúvel em água que possa ser dosada para dentro do ciclo de lavagem e que é acionada no ciclo de lavagem por um meio alternativo.

WO-A-01/85892 descreve condicionadores elevadamente concentrados com receptáculos de filme de PVOH que são adicionados no compartimento de enxágue da gaveta de dosagem. O receptáculo entra no banho de enxágue quando inicia o ciclo de enxágue.

WO-A-00/51724 descreve o uso de peneiras moleculares para liberação controlada de produtos de tratamento de tecido.

WO-A-00/06688 refere-se aos filmes de PVOH que estão modificados com um grupo amina. O filme libera seu conteúdo devido à mudança em pH durante o ciclo de lavagem de roupas.

DE-A-2749555 descreve um laminado duplo com uma bolsa de lavagem, liberada durante o enxágue. Contudo, um saco insolúvel permanece após a completitude do ciclo de lavagem de roupas. Ainda mais, os polímeros lá descritos não estão hidrofobicamente modificados.

WO-A-03/068852 descreve polímeros de base amina que são insolúveis em elevadas concentrações de tensoativos ou sal e tornam-se

solúveis em baixas concentrações de tensoativos ou sal, concomitante a uma alteração no pH.

5 Os inventores agora têm verificado que a solubilidade em água de um filme polimérico compreendendo um poliol hidrofobicamente modificado pode ser modificada pelo ajuste do nível de tensoativo absorvido sobre sua superfície. Isto permite que um sistema de liberação seja projetado no qual a liberação de um agente ativo líquido para lavagem de roupas encapsulado por um tal filme pode ser acionado pelo ajuste, em particular pelo abaixamento, do nível de tensoativo absorvido sobre a superfície do filme.

10 Tem sido adicionalmente verificado que o nível de tensoativo absorvido sobre a superfície de um filme polimérico compreendendo um poliol hidrofobicamente modificado pode ser abaixado por diluição da concentração de tensoativo no ambiente circundante e/ou pelo aumento da temperatura.

15 Um uso específico no campo de cuidado doméstico tem sido verificado em processo de lavagem doméstica de roupas. Tem sido verificado que por modificação hidrofóbica da estrutura de um filme polimérico solúvel em água, tal como um filme de PVOH, com um grupo modificador, por exemplo com um ou mais grupos acetal, o filme permanece substancialmente
20 intacto na presença de um tensoativo externo, por exemplo durante o ciclo de lavagem de uma operação de lavagem de roupas, e se desintegra quando a concentração do tensoativo se reduz suficientemente, por exemplo durante o ciclo de enxágue da operação de lavagem de roupas.

25 De acordo com um primeiro aspecto da presente invenção é proporcionado um sistema de liberação compreendendo um agente ativo líquido para lavagem de roupas encapsulado por um filme polimérico compreendendo uma estrutura principal polimérica derivada de um polímero que é solúvel em água, e um ou mais grupos derivadores ligados na estrutura principal, o(s) grupo(s) de derivação sendo derivado(s) de um material

originário possuindo um ClogP de 0,5 a 6, e em que o material originário é selecionado do grupo consistindo de acetais, cetais, ésteres, fluoro-orgânicos, éteres, epóxidos, alcanos, alquenos e compostos aromáticos, o sistema de liberação também compreendendo um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico.

De acordo com um segundo aspecto da presente invenção é proporcionado um sistema de liberação compreendendo um agente ativo encapsulado por um filme polimérico compreendendo um poliol hidrofobicamente modificado e um ou mais grupo(s) derivador(es) sendo derivado(s) de um material originário selecionado do grupo consistindo de acetais, cetais, ésteres, fluoro-orgânicos, éteres, epóxidos, alcanos, alquenos e compostos aromáticos, o sistema de liberação também compreendendo um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico.

De acordo com um terceiro aspecto da presente invenção é proporcionado um método de liberar um agente ativo líquido para lavagem de roupas a um alvo compreendendo diluição e/ou aquecimento de um sistema de liberação de acordo com o primeiro ou segundo aspecto da invenção, e em então colocando dito sistema de liberação em contato com o alvo.

O agente ativo pode ser qualquer agente de tratamento adequado para a tarefa requerida. O agente ativo agente de lavagem de roupas.

O ingrediente ativo pode estar co-encapsulado com um ou mais materiais carreadores e/ou outros componentes. O estado da matéria do material encapsulado total (daqui em diante referido como “encapsulado”) é preferivelmente líquido. O encapsulado é preferivelmente substancialmente não-aquoso, tais encapsulados sendo compatíveis e confiavelmente protegidos pelos filmes poliméricos como aqui descrito.

No contexto da presente invenção, “substancialmente não-aquoso” significa que o nível de água no encapsulado é menor do que 20% em peso do peso total do encapsulado, com maior preferência 15% ou menos em peso,

mais preferivelmente 10%, por exemplo 5% ou até mesmo 3% ou menos em peso.

O nível de encapsulado dentro de cada embalagem de liberação retardada (*vide infra*) é tipicamente de 0,5 g a 100 g, em particular de 1 g a 30 g, e especialmente de 1,5 g a 25 g, por exemplo de 2 g a 15 g.

O encapsulado é uma composição adequada para uso em lavagem de roupas; por exemplo, pode ser uma composição para tratamento de tecido tal como uma composição amaciante de tecido.

Composições amaciantes de tecido particularmente adequadas para uso na presente invenção incluem microemulsões, emulsões, e massas fundidas substancialmente não aquosas.

Uma massa fundida substancialmente não aquosa é uma composição amaciante de tecido presente na forma sólida, tal como partículas, em uma temperatura especificada, o sólido estando suspenso em uma matriz oleosa e contendo menos do que 20%, preferivelmente menos do que 5% em peso de água.

Uma emulsão condicionadora de enxágue concentrada substancialmente não aquosa é uma mistura de um material amaciante de amônio quaternário, um óleo e água em um nível menor do que 20% em peso.

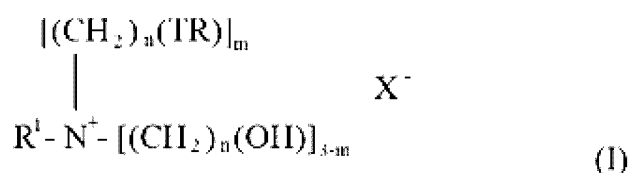
Uma microemulsão substancialmente não aquosa é uma composição compreendendo menos do que 20% em peso de água, na qual a composição é transparente, isotrópica e termodinamicamente estável em uma faixa de temperaturas.

Composições amaciantes de tecido preferidas usadas na presente invenção são concentradas, significando que compreendem 10% em peso ou mais de agente ativo amaciante de tecido. Composições amaciantes de tecido mais preferidas são superconcentradas, significando que compreendem 25% em peso ou mais de agente ativo amaciante de tecido, tipicamente compreendendo de 25% a 97%, preferivelmente de 35% a 95%, com maior

preferência de 45% a 90%, e mais preferivelmente de 55% a 85% em peso de agente ativo amaciante de tecido.

Um encapsulado que é uma composição amaciante de tecido compreende um agente ativo amaciante de tecido. Tal agente pode ser selecionado de qualquer um daqueles comumente empregados para aquele propósito. Os agentes ativos amaciantes de tecido preferidos são compostos catiônicos de amônio quaternário insolúveis em água compreendendo dois grupos C₁₂₋₁₈-alquila ou alquenila conectados no grupo cabeça de nitrogênio via pelo menos uma ligação éster. Será mais preferido se o composto de amônio quaternário possuir duas ligações éster.

Compostos catiônicos amaciantes de tecido específicos que podem ser empregados são representados pela fórmula (I):



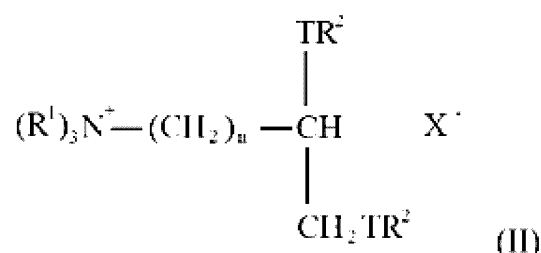
na qual cada R é independentemente selecionado de um grupo C₅₋₃₅-alquila ou alquenila, R¹ representa um grupo C₁₋₄-alquila, C₂₋₄-alquenila ou um grupo C₁₋₄-hidroxialquila, T é -O-CO- ou -CO.O-, n é 0 ou um número selecionado de 1 a 4, m é 1, 2 ou 3 e denota o número de grupos aos quais ele se relaciona que pendem diretamente do átomo N, e X⁻ é um grupo aniônico, tal como haletos ou alquil-sulfatos, por exemplo cloreto, metil-sulfato ou etil-sulfato.

Materiais especialmente preferidos dentro desta classe são dialquenil-ésteres de metil-sulfato de trietanol-amônio.

Exemplos comerciais incluem Tetranyl AHT-1 (éster di-oleico endurecido de metil-sulfato de trietanol-amônio 80% ativo), AT-1 (éster di-oleico de metil-sulfato de trietanol-amônio 90% ativo), L5/90 (éster de palma de metil-sulfato de trietanol-amônio 90% ativo), todos da Kao, e Rewoquat

WE15 (produtos de reação de ácido C₁₀-C₂₀ e C₁₆-C₁₈-graxo insaturado com dimetil- sulfato de trietanol-amina 90% ativo), da Witco Corporation.

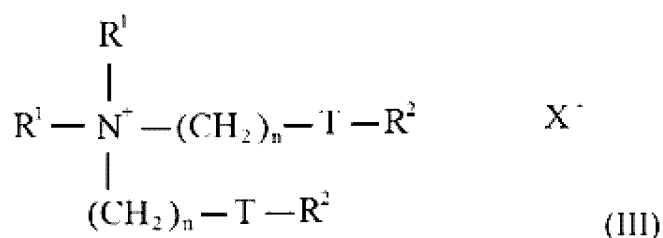
Outros compostos catiônicos amaciantes de tecido que podem ser empregados são representados pela fórmula (II):



- 5 na qual cada grupo R¹ é independentemente selecionado de grupos C₁₋₄-alquila, hidroxialquila ou C₂₋₄-alquenila; e na qual cada grupo R² é independentemente selecionado de grupos C₈₋₂₈-alquila ou alquenila; n é 0 e um número inteiro de 1 a 5 e T e X⁻ são como definidos acima.

- 10 Materiais preferidos desta classe são tais como cloreto de 1,2-bis[sebooil-óxi]-3-trimetil-amônio-propano, e cloreto de 1,2-bis[oleil-óxi]-3-trimetil-amônio-propano e seu método de preparação são, por exemplo, descritos em US 413718 (Lever Brothers), e cujos conteúdos são aqui incorporados.

- 15 Ainda outros compostos catiônicos amaciantes de tecido que podem ser empregados são representados pela fórmula (III):



na qual cada grupo R¹ é independentemente selecionado de grupos C₁₋₄-alquila, hidroxialquila ou C₂₋₄-alquenila; e na qual cada grupo R² é independentemente selecionado de grupos C₈₋₂₈-alquila ou alquenila; n é 0 e um número inteiro de 1 a 5 e T e X⁻ são como definidos acima. Um material

preferido dentro desta classe é cloreto de N,N-di(sebooil-óxi-etil)-N,N-dimetil-amônio.

Se o agente amaciante de amônio quaternário compreender cadeias hidrocarbila formadas de ácidos graxos ou de compostos graxos acilados que são insaturados ou pelo menos parcialmente insaturados (por exemplo possuindo um índice de iodo de 5 a 140, preferivelmente de 5 a 100, com maior preferência de 5 a 60; mais preferivelmente de 5 a 40, por exemplo de 5 a 25), então a razão em peso de isômeros cis:trans das cadeias no composto de ácido graxo / composto graxo acilado é maior do que 20:80; preferivelmente maior do que 30:70, com maior preferência maior do que 40:60, mais preferivelmente maior do que 50:50, por exemplo 70:30 ou maior. É crido que razões em peso de isômeros cis:trans maiores dão composições compreendendo o composto com melhor estabilidade em temperatura baixa e com mínima formação de odor. Ácidos graxos adequados incluem Radiacid 406, da Fina.

Para dissolução e/ou dispersão rápida melhorada da composição após sua liberação do filme polimérico, é preferido que os compostos graxos acilados ou os ácidos graxos dos quais a composto amaciante é formado possuam um índice de iodo médio de 5 a 140, com maior preferência de 10 a 100, mais preferivelmente de 15 a 80, por exemplo de 25 a 60.

O método para calcular o índice de iodo é como descrito em WO-A1-01/04254.

Outros componentes que podem ser co-encapsulados com o agente ativo, em particular um agente ativo amaciante de tecido, incluem agentes co-ativos e auxiliares de formulação e/ou dispersão.

Agentes co-ativos

Derivados oleosos de açúcar são uma forma de agente co-ativo e podem estar presentes no encapsulado em uma quantidade de 0,001 a 10% em peso; preferivelmente de 0,01 a 5% em peso, e com maior preferência de 0,1 a

4% em peso, baseado no peso total do encapsulado. Derivados oleosos de açúcar preferidos são aqueles descritos como CPE's ou SER's em WO-A-96/16538. Um derivado oleoso de açúcar particularmente preferido é um poliéster de sacarose,

- 5 Derivados oleosos de açúcar podem ser empregados como agentes co-ativos em encapsulados que são composições amaciantes de tecido. Outros agentes co-ativos que podem ser utilizados para este propósito são aminas graxas e N-óxidos graxos. Agentes co-ativos em encapsulados de composição amaciante de tecido são tipicamente usados a cerca de 0,01 a 20% em peso e
10 preferivelmente a de 0,05 a 1 0%, baseado no peso total do encapsulado.

Auxiliares de formulação e/ou dispersão

Exemplos de auxiliares de formulação e/ou dispersão incluem os seguintes componentes:

- 15 (a) agentes estabilizadores não-iônicos;
 (b) estabilizadores poliméricos;
 (c) tensoativos catiônicos de cadeia única/
 (d) óleos, ácidos ou álcoois graxos;
 (e) óleos ou álcoois de cadeia curta; ou
 (f) eletrólitos.

20 *a) Agentes estabilizadores não-iônicos*

Agentes estabilizadores não-iônicos adequados para o encapsulado são tensoativos não-iônicos, como descritos adiante como adequados para uso como o tensoativo usado sobre o lado externo do filme polimérico.

- 25 Os agentes estabilizadores não-iônicos podem estar presentes em uma quantidade de 0,01 a 10%, preferivelmente de 0,1 a 5%, com maior preferência de 0,35 a 3,5%, e mais preferivelmente de 0,5 a 2% em peso, baseado no peso total de encapsulado.

(b) Estabilizadores poliméricos

Estabilizadores poliméricos adequados para uso compreendem preferivelmente pelo menos 2% em peso de grupos solúveis em água quer dentro da estrutura principal polimérica principal quer anexos na mesma.

- 5 Exemplos de materiais poliméricos adequados dentro desta classe incluem PVA; polilactonas tais como policaprolactona e polilactídeo; metil-celulose; amidos derivados; derivados de celulose; e polímeros catiônicos tal como Goma Guar.

10 Se presente, é desejável a incorporação de tais polímeros em um nível de 0,01 a 5%, com maior preferência de 0,05 a 3,5%, mais preferivelmente de 1 a 2% em peso de polímero baseado no peso total da composição.

(c) Tensoativos catiônicos de cadeia única

15 Tensoativos catiônicos de cadeia única são particularmente adequados para uso em encapsulados de emulsão, porque podem ser empregados para auxiliar as características de dispersão da emulsão.

20 Tensoativos catiônicos de cadeia única apropriados são compostos de amônio quaternário compreendendo uma cadeia hidrocarbila possuindo 8 a 40 átomos de carbono, preferivelmente 8 a 30, com maior preferência 12 a 25 átomos de carbono (compostos de amônio quaternário compreendendo uma cadeia C₁₀₋₁₈-hidrocarbila são especialmente preferidos).

25 Exemplos de tensoativos catiônicos de cadeia única comercialmente disponíveis que podem ser usados incluem: ETHOQUAD (RTM) 0/12 (cloreto de oleil-bis(2-hidróxi-etil)metil-amônio); ETHOQUAD (RTM) C12 (cloreto de coco-bis(2-hidróxi-etil)metil-amônio); e ETHOQUAD (RTM) C25 (cloreto de polióxi-etileno (15) cocometil-amônio), todos da Akzo Nobel; SERVAMINE KAC (RTM), (metossulfato de coco-trimetil-amônio), da Condea; REWOQUAT (RTM) CPEM, (metossulfato de coco-alquil-pentaetóxi- metil-amônio), da Witco; cloreto de cetil-trimetil-amônio (solução

25% fornecida pela Aldrich); RADIAQUAT (RTM) 6460, (cloreto de óleo-de-coco-trimetil-amônio), da Fina Chemicals; NORAMIUM (RTM) MC50, (cloreto de oleil-trimetil-amônio), da Elf Atochem.

5 O tensoativo catiônico de cadeia única está preferivelmente presente em uma quantidade de 0 a 5% em peso, com maior preferência de 0,01 a 3% em peso, mais preferivelmente de 0,5 a 2,5% em peso, baseado no peso total do encapsulado.

(d) Óleos, ácidos ou álcoois graxos

10 Estes auxiliares de formulação podem ser selecionados de óleos, ácidos ou álcoois graxos, por exemplo, ácidos C8 a C24 alquil ou alquênil monocarboxílicos, seus álcoois ou polímeros e óleos C₈ a C₃₅. Preferivelmente são usados álcoois ou ácidos graxos insaturados, em particular, ácidos C₁₆ a C₁₈ graxos de sebo endurecido.

15 Preferivelmente o ácido graxo está não saponificado, com maior preferência o ácido graxo está livre, por exemplo ácido oleico, ácido láurico, ou ácido graxo de sebo. O nível de material de ácido graxo é preferivelmente maior do que 0,1% em peso, com maior preferência maior do que 0,2% em peso. Composições concentradas ou superconcentradas podem compreender de 0,5 a 20% em peso de ácido graxo, com maior preferência de 1% a 20% em peso.

20 Ácidos graxos adequados incluem ácido esteárico (PRIFAC 2980), ácido mirístico (PRIFAC 2940), ácido láurico (PRIFAC 2920), ácido palmítico (PRIFAC 2960), ácido erúico (PRIFAC 2990), ácido graxo de girassol (PRIFAC 7960), ácido de sebo (PRIFAC 7920), ácido graxo de feijão-soja (PRIFAC 7915) todos da Uniquema; ácido azeláico (EMEROX 1110) da Henkel.

O ácido graxo também pode atuar como um co-amaciante quando usado em uma composição amaciante de tecido.

Alternativa ou adicionalmente o encapsulado pode compreender um óleo de cadeia longa (i.e., "graxo"), tipicamente possuindo 12 átomos de carbono ou mais. O óleo pode ser um óleo mineral, um óleo de éster, um óleo de silicone e/ou óleos naturais tais como óleos vegetais ou essenciais. Contudo

5 óleos de éster ou óleos minerais são preferidos.

Os óleos de éster são preferivelmente de natureza hidrofóbica.

Incluem ésteres graxos de álcoois mono- ou poliídricos possuindo de 1 a 24 átomos de carbono na cadeia hidrocarbônica, e ácidos mono- ou policarboxílicos possuindo de 1 a 24 átomos de carbono na cadeia

10 hidrocarbônica, desde que o número total de átomos de carbono no óleo de éster seja igual ou maior do que 8, e pelo menos uma das cadeias hidrocarbônicas possua 12 ou mais átomos de carbono.

Óleos de éster adequados incluem óleos de éster saturados, tais como os PRIOLUBES (da Uniquerna). Estearato de 2-etil-hexila (PRIOLUBE 1545), monoerato de neopentil-glicol (PRIOLUBE 2045) e laurato de metila

15 10 (PRIOLUBE 1415) são particularmente preferidos embora monoglicerídeo oleico (PRIOLUBE 1407) e dioleato de neopentil-glicol (PRIOLUBE 1446) também são adequados.

Óleos minerais apropriados incluem hidrocarbonetos de cadeia

20 linear ou ramificada (por exemplo parafinas) possuindo 8 a 35, com maior preferência 9 a 20 átomos de carbono na cadeia hidrocarbônica.

Óleos minerais preferidos incluem a faixa técnica Marcol de óleos (da Esso) embora particularmente preferida seja a faixa Sirius (da Silkolene) ou Semton (da Witco Corp.). O peso molecular de óleo mineral está

25 tipicamente dentro da faixa de 100 a 400.

Um ou mais óleos de qualquer um dos tipos mencionados acima pode ser usado.

É crido que o óleo proporciona excelente liberação de perfume e também aumenta a longevidade de perfume durante a armazenagem.

O óleo pode estar presente em uma quantidade de 0,1 a 40% em peso, com maior preferência de 0,2-20%, em peso, mais preferivelmente 0,5-15% em peso baseado no peso total do encapsulado.

(e) Óleos ou álcoois de cadeia curta

- 5 Óleos ou álcoois de cadeia curta são de peso molecular baixo, possuindo um peso molecular de preferivelmente 180 Ou menor. Álcoois mono-hídricos ou poliídricos são preferíveis. Tipicamente possuem comprimento de cadeia de carbono de C1 a C9, em particular de C1 a C6, e especialmente de C 1 a C4.

- 10 A presença de um álcool de peso molecular menor pode ajudar a melhorar a estabilidade física durante a armazenagem pelo abaixamento da viscosidade para um nível mais desejado; também pode ajudar na formação de uma microemulsão.

Exemplos de álcoois apropriados incluem etanol, isopropanol, n-propanol, dipropileno-glicol, t-butil-álcool, hexileno-glicol e glicerol.

- 15 O álcool está preferivelmente presente em uma quantidade de 0,1% a 40% em peso, com maior preferência de 0,2% a 35%, mais preferivelmente de 0,5% a 20% em peso baseado no peso total do encapsulado.

(j) Eletrólitos

Quando empregado, um eletrólito pode ser orgânico ou inorgânico.

- 20 Preferivelmente o eletrólito está presente em uma quantidade de 0,001% a 1,5% em peso, com maior preferência de 0,01 % a 1 %, mais preferivelmente de 0,02% a 0,7% em peso baseado no peso total do encapsulado.

- 25 Eletrólitos inorgânicos adequados incluem sulfato de sódio, cloreto de sódio, cloreto de cálcio (II), cloreto de magnésio (II), sulfato de potássio e cloreto de potássio.

Eletrólitos orgânicos apropriados incluem acetato de sódio, acetato de potássio, citrato de sódio, citrato de potássio, e benzoato de sódio.

O eletrólito melhora o controle de viscosidade (especialmente a redução de viscosidade) do encapsulado e ajuda em sua dispersão durante liberação.

5 O filme polimérico em geral compreende uma estrutura principal polimérica derivada de um polímero que é solúvel em água.

No contexto desta invenção, "solubilidade" pode ser entendida para se referir à dissolução ou dispersão de um material a 20°C e "solúvel em água" pode ser entendido para significar que um material é dissolvível ou dispersável em um nível de 0,1 g.dm⁻³ ou maior a 20°C.

10 O filme polimérico compreende uma estrutura principal polimérica derivada de um polímero que é preferivelmente dispersável ou dissolvível em água em um nível de 0,3 g.dm⁻³ ou maior, com maior preferência em um nível de 0,5 g.dm⁻³ ou maior, a 20°C.

15 O filme polimérico em geral compreende um poliol hidrofobicamente modificado, em particular um PVOH hidrofobicamente modificado.

O filme polimérico usado na invenção é um material cuja solubilidade em água é dependente da concentração do tensoativo presente. Em geral, quanto menor a concentração de tensoativo, maior a solubilidade de
20 filme polimérico e mais rápida a sua decomposição.

Sem desejar se ligar a teoria, é crido que elementos hidrofóbicos dentro do filme polimérico interagem com o tensoativo para formarem uma rede geleificada que torna insolúvel o filme ligado em tensoativo; contudo, as interações entre o filme polimérico e o tensoativo se decompõe sob diluição
25 e/ou aquecimento do sistema de liberação, permitindo deste modo que o filme polimérico se dissolva e o agente ativo seja liberado.

Um método preferido de acordo com a invenção envolve aquecer o sistema de liberação. Um tal método é de benefício específico na liberação de agentes ativos farmacêuticos, para o corpo humano. Em tais aplicações, o

aumento de temperatura durante o contato do sistema de liberação com o corpo pode acionar a liberação do ingrediente ativo.

Em geral, o agente ativo é liberado do encapsulado de filme polimérico quando suspenso em água desmineralizada mais rápido do que quando suspenso em uma solução aquosa do tensoativo presente no sistema de liberação. Em modalidades preferidas, o tempo decorrido para a liberação do agente ativo do filme polimérico é consideravelmente menos em água do que em uma solução aquosa de tensoativo presente no sistema de liberação. A 20°C, o tempo decorrido em água pode ser menor do que um terço, em particular, menor do que um sétimo, do tempo decorrido em uma solução aquosa de concentração de tensoativo de 5 g.dm⁻³.

O grupo derivador referido no primeiro aspecto da invenção é derivado de um material originário possuindo um ClogP de 0,5 a 6, com maior preferência de 1 a 6, mais preferivelmente de 2 a 6, por exemplo 3 a 6.

No contexto da presente invenção, ClogP é calculado de acordo com a ClogP Calculator Version 4, disponível na Daylight Chemicals Inc.

Quando um poliol é derivado usando o grupo derivador, um poliol hidrofobicamente modificado é obtido, conforme referido no segundo aspecto da invenção. O poliol é hidrofobicamente modificado pelo grupo derivador.

Grupos derivadores preferidos incluem aqueles baseados em grupos parentais selecionados de acetais, cetais, ésteres, compostos orgânicos fluorados, éteres, alcanos, alquenos, aromáticos. Grupos parentais especialmente preferidos são aldeídos tais como butiraldeído, octil-aldeído, dodecil-aldeído, 2-etil-hexanal, ciclo-hexano-carbóxi-aldeído, citral, e 4-amino-butiraldeído-dimetil-diacetal, embora seja prontamente evidente para a pessoa experiente na técnica que outros grupos parentais adequados possuindo o ClogP requisitado também serão adequados para uso no filme polimérico da invenção.

Grupos derivadores particularmente preferidos são acetais, que

podem ser derivados de aldeídos ou de seus equivalentes funcionais (por exemplo, dimetil- ou dietil-acetais).

5 Polióis hidrofobicamente preferidos são hidrofobicamente modificados por grupos acetal, em particular aqueles possuindo de 4 a 22 átomos de carbono, e especialmente grupos aromáticos tais como derivados de benzaldeído. Tem sido verificado que modificação hidrofóbica usando aldeídos aromáticos libera filmes poliméricos possuindo interações superiores com tensoativos, acarretando sistemas de liberação de desempenho melhor. Benzaldeídos adequados, tal como ácido 2-benzaldeído-sulfônico e seus sais
10 também podem ser utilizados.

 Grupos modificadores adicionais podem estar presentes na estrutura principal polimérica. Por exemplo, aminas podem ser preferivelmente incluídas como um grupo modificador porque isto toma o polímero mais solúvel em resposta, por exemplo, à mudança em pH e/ou em força iônica.

15 O grupo derivador pode compreender uma cadeia hidrocarbila. Uma tal cadeia hidrocarbila pode estar opcionalmente substituída com um ou mais heteroátomos, tal como oxigênio ou nitrogênio.

 O comprimento da cadeia hidrocarbila do grupo derivador ligado na estrutura principal polimérica é preferivelmente de 3 a 22, com maior preferência de 4 a 18, ainda com maior preferência de 4 a 15, mais preferivelmente de 4 a 10, por exemplo de 4 a 8. Comprimentos de cadeia hidrocarbila mais curtos do que 3 são indesejáveis porque, em uso, a estrutura semelhante a gel formada na interface do filme polimérico e o tensoativo tipicamente será muito fraca e permitirá que o filme polimérico se rompa
20 muito facilmente.
25

 Comprimentos de cadeia hidrocarbila maiores do que 22 indesejáveis porque o material originário do qual o grupo derivador é obtido reage insatisfatoriamente ou não reage com a estrutura principal polimérica.

 O comprimento de cadeia hidrocarbila do material originário do

qual o grupo derivador é obtido é preferivelmente de 3 a 22, com maior preferência de 4 a 18.

5 Neste contexto, O número de carbonos no grupo hidrocarbila inclui qualquer carbono dentro da cadeia ligado em qualquer outro grupo funcional dentro do material derivador. Por exemplo, butiraldeído possui um comprimento de cadeia hidrocarbila de 4.

O material derivador está preferivelmente presente no polímero em um nível de 0,1 a 40% em peso, baseado no peso total do polímero, com maior preferência 2 a 30%, mais preferivelmente 5 a 15%, por exemplo 8 a 12%.

10 Se a estrutura principal polimérica for baseada em PVOH, o material derivador estará preferivelmente presente em um nível tal que a razão numérica de grupos derivadores para os pares hidroxila livres sobre a estrutura principal é de 1:3 a 1:30, com maior preferência de 1:4 a 1:20, mais preferivelmente 1:7 a 1:15, por exemplo 1:8 a 1:13.

15 Abaixo de uma razão de 1:30, a solubilidade de filme polimérico tende a ser muito grande, até mesmo na presença de tensoativo. Acima de uma razão de 1:3, a solubilidade do filme polimérico tende a ser muito baixa, até mesmo na ausência de tensoativo.

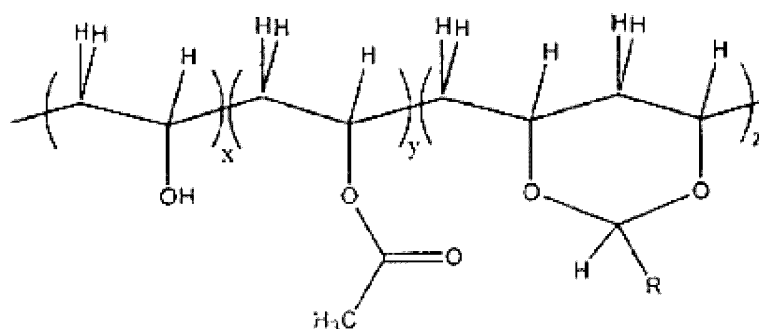
20 Polímeros preferidos dos quais a estrutura principal do filme polimérico derivado da invenção é formada incluem resinas solúveis em água tais como PVOH, ésteres de celulose, poli(óxido de etileno) (daqui em diante referido como “PEO”), amido, polivinilpirrolidona (daqui em diante referida como “PVP”), poliacrilamida, poli(metil-vinil-éter-anidrido maleico), poli(anidrido maleico), estireno-anidrido maleico, hidróxi-etil-celulose, metil-celulose, poli(etileno-glicóis), carbóxi-metil-celulose, sais de poli(ácido
25 acrílico), alginatos, copolímeros de acrilamida, goma guar, caseína, série de resinas de etileno-anidrido maleico, polietilenoimina, etil-hidróxi-etil-celulose, etil-metil-celulose, hidróxi-etil-metil-celulose. Resinas formadoras de filme de PVOH, solúveis em água, são particularmente preferidas.

Em geral, polímeros formadores de filme baseados em PVOH, solúveis em água, preferidos, devem possuir peso molecular médio relativamente baixo e níveis altos de hidrólise. Polímeros baseados em PVOH preferidos para uso aqui possuem um peso molecular médio de 1.000 a 300.000, preferivelmente de 2.000 a 100.000, mais preferivelmente de 2.000 a 75.000. O nível de hidrólise é definido como a completitude percentual da reação se grupos acetato sobre a resina estiverem substituídos por hidroxila, -OH, grupos (PVOH sendo derivado de poli (acetato de vinila) por hidrólise). Uma faixa de hidrólise de 60-99% é preferida, enquanto que uma faixa mais preferida de hidrólise é de cerca de 88-99%. Como usado neste pedido, o termo "PVOH" inclui compostos de poli(acetato de vinila) com níveis de hidrólise aqui descritos.

Polímeros de PVOH preferidos possuem uma viscosidade como uma solução a 7% de 100 a 5.000 mPas na temperatura ambiente quando medido em uma taxa de cisalhamento de 20s^{-1} .

Todos os polímeros acima incluem as classes de polímero acima mencionadas sejam como polímeros simples sejam como copolímeros formados de unidades monoméricas sejam como copolímeros formados de unidades monoméricas derivadas da classe especificada sejam como (copolímeros nos quais aquelas unidades monoméricas estão copolimerizadas com uma ou mais unidades comonoméricas,

Um poliol / polímero particularmente preferido para uso na presente invenção é representado pela fórmula:



na qual a razão numérica média de z a x está dentro da faixa de 1:200 a 1:6, com maior preferência de 1:100 a 1:8, com maior preferência de 1:50 a 1:12, por exemplo 1:30 a 1:14, y é o acetato residual restante da hidrólise do composto originário, que está preferivelmente dentro da faixa de 1-20%, com maior preferência 1-10%, mais preferivelmente 1-5% e R é um grupo alquila, alquenila, ou arila possuindo de 3 a 22 átomos de carbono. Com maior preferência R é um grupo alquila possuindo de 3 a 6 átomos de carbono ou um grupo arila.

Com o propósito de proporcionar resistência estrutural ao filme polimérico, um grau de reticulação polimérica é desejável. Agentes reticulantes adequados incluem formaldeído; poliésteres; epóxidos; amidoaminas; anidridos; fenóis; isocianatos; vinil-ésteres; uretanos; poliimidas; arílicos; bis(metacrilóxi-propil) tetrametilsiloxano (estirenos, metacrilatos de metila); n-díazo-piruvatos; ácidos fenil-borônicos; cis-platina; divinil-benzeno; poliamidas; dialdeídos; triálil-cianuratos; haletos de N-(2-etano-sulfonil-etil)piridínio; tetraalquil-titanatos; misturas de titanatos e boratos ou zirconatos; íons polivalentes de Cr, Zr, Ti; dialdeídos; dicetonas; complexos alcoólicos de organotitanatos, zirconatos e boratos e complexos de cobre (II).

Um agente reticulante preferido é ácido bórico ou um de seus sais, por exemplo, borato de sódio.

O nível de agente reticulante, se presente, é de cerca de 0,905% a 9% em peso do filme, com maior preferência de cerca de 1% a 6%, mais preferivelmente de cerca de 1,5% a 5% em peso. Claro que a faixa superior resultará em mais reticulação e em uma taxa de dissolução ou de dispersão mais lenta do filme no ciclo de enxágue.

Funcionalidade, é crido que o agente reticulante reduz a solubilidade do polímero de filme pelo aumento de seu peso molecular efetivo. Embora seja preferido incorporar o agente reticulante diretamente no polímero

de filme, também está dentro do escopo da invenção manter o filme em contato com o agente reticulante durante o uso. Isto pode ser feito pela adição de agente reticulante durante o emprego ou por meio de sua encapsulação dentro do polímero de filme. Se o agente reticulante for adicionado nesta
5 maneira, níveis um pouco maiores serão necessários, para suficientemente reticular o polímero de filme, e deve variar de cerca de 1-15% em peso.

Para filmes de PVOH o agente reticulante preferido é um óxido de metalóide tal como borato, telurato, arsenato, e seus precursores. Outros agentes reticulantes conhecidos incluem o íon vanadila, íon titânio no estado
10 de valência mais três, ou um íon permanganato (descrito na patente US 3.518.242). Agentes reticulantes alternativos são dados no livro: “Polyvinylalcohol - Properties and Applications”, Capítulo 9 por C. A. Finch (John Wiley & Sons, New York, 1973).

O filme polimérico preferivelmente incorpora um plastificante e/ou
15 rompedor de cristalinidade.

É para ser entendido que o termo “plastificante” e a frase “rompedor de cristalinidade” são intercambiáveis de tal modo que uma referência a um é uma referência implícita ao outro.

O plastificante influencia o modo que as cadeias poliméricas reagem aos fatores externos tais como compressão e forças externas, temperatura e choque mecânico pelo controle do modo que as cadeias de distorcem / se realinham como uma consequência destas intrusões e sua propensão para reverterem ou recuperarem seu estado inicial. A característica
20 chave de plastificantes é que sejam elevadamente compatíveis com o filme, e sejam normalmente de natureza hidrofílica.
25

O plastificante dependerá da natureza do filme em questão.

Em geral, plastificantes adequados para uso com filmes baseados em PVOH possuem grupos –OH, auxiliando a compatibilidade com a cadeia polimérica –CH₂CH(OH)-CH₂-CH(OH)– do polímero de filme.

Seu modo de funcionalidade é para introduzir ligação de hidrogênio de cadeia curta com os grupos hidroxila da cadeia e isto enfraquece as interações de cadeias adjacentes que inibe o inchamento da massa polimérica agregada - primeiro estágio de dissolução de filme.

5 A própria água é um plastificante adequado para filmes de PVOH mas outros plastificantes comuns incluem: compostos poli-hidroxilados, por exemplo, glicerol, trimetilol-propano, dietileno-glicol, trietileno-glicol, sorbitol, dipropileno-glicol, poli(etileno-glicol); amidos, por exemplo amido-éter, amido esterificado, amido oxidado e amidos de batata, de tapioca e de
10 trigo; celulósicos/carboidratos, por exemplo amilopectina, dextrina-carbóxi-metil-celulose e pectina. Aminas são uma classe de plastificantes particularmente preferidos. Dipropileno-glicol também pode ser particularmente efetivo.

 Filmes de PVP exibem adesão excelente em uma ampla variedade
15 de superfícies incluindo vidro, metais e plásticos. Filmes não modificados de polivinilpirrolidona são higroscópicos em caráter. Filme de polivinilpirrolidona seco possui uma densidade de $1,25 \text{ g.cm}^{-3}$ e um índice de refração de 1,53. Adesividade em umidades mais altas pode ser minimizada pela incorporação de modificadores insensíveis à água, compatíveis no filme
20 de polivinilpirrolidona, tal como 10% de uma resina de aril-sulfonamida-formaldeído.

 Plastificantes adequados para filmes baseados em PVP podem ser escolhidos de um ou mais de: fosfatos por exemplo fosfato de tris(2-etil-hexila), fosfato de isopropil-difenila, fosfato de tributóxi-etila; polióis, por
25 exemplo glicerol, sorbitol, diperlargonato de dietileno-glicol, di-2-etil-hexanoato de poli(etileno-glicol), tartarato de dibutila; ésteres de poliol, por exemplo policaprolactonas contendo hidroxila, poli-L-lactídeo contendo hidroxila; ftalatos inferiores, por exemplo, ftalato de dimetila, ftalato de dietila, ftalato de dibutila; e sulfonamidas, por exemplo tolueno-sulfonamida,

N-etil-tolueno-sulfonamida.

Filmes solúveis em água preferidos também podem ser preparados a partir de resinas de PEO por técnicas de moldagem padrão tais como calandragem, vazamento, extrusão, e outras técnicas convencionais. Os filmes de poli(óxido de etileno) podem ser transparentes ou opacos, e são inerentemente flexíveis, tenazes, e resistentes à maioria de óleos e graxas. Estes filmes de resina de poli(óxido de etileno) proporcionam solubilidade melhor do que os outros plásticos solúveis em água sem prejudicar a resistência ou tenacidade. A capacidade excelente para fazer plano, rígido, e a capacidade de vedação de filmes de poli(óxido de etileno) solúveis em água os tornam bons para características de manuseio em máquina.

Plastificantes adequados para filmes baseados em PEO podem ser selecionados de um ou mais de: fosfatos, por exemplo fosfato de tris(2-etil-hexila), fosfato de isopropil-difenila, fosfato de tributóxi-etila; polióis, por exemplo glicerol, sorbitol, diperlargonato de dietileno-glicol, di-2-etil-hexanoato de poli(etileno-glicol), tartarato de dibutila; ftalatos inferiores, por exemplo, ftalato de dimetila, ftalato de dietila, ftalato de dibutila; e sulfonamidas, por exemplo tolueno-sulfonamida, N-etil-tolueno-sulfonamida.

A quantidade preferida de plastificante no sistema de liberação é de 0,01% a 25%, com maior preferência de 0,005% a 4% em peso.

O plastificante e/ou rompedor de cristalinidade pode ser fisicamente ligado na estrutura principal do filme polimérico e/ou pode estar presente em parte do sistema de liberação que meramente entra em contato com o filme polimérico. Um método adequado de ligar quimicamente o plastificante na estrutura principal do material polimérico é descrito em DE 10229213.2.

Um material protetor que proporciona uma barreira entre o filme e seu conteúdo pode estar presente entre o filme polimérico encapsulante e o agente ativo. Uma tal barreira pode intensificar a estabilidade do filme

polimérico quando o agente ativo estiver presente como parte de uma composição aquosa. Um material de barreira protetora particularmente adequado é PTFE, como descrito em US 4416791.

5 Também é contemplado que o filme polimérico pode ser adicionalmente protegido contra desintegração prematura por uma provisão de uma camada adsorvida ou revestida de tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico encapsulante. Por exemplo, o filme pode ser polvilhado com tensoativo ou o filme pode ser vazado na presença de tensoativo.

10 Formação de filme em uma escala de laboratório pode ser conduzida pela adição de uma solução aquosa de polímero, contendo quaisquer plastificantes etc. em um leito de PTFE, e permissão de formação do filme em 1 a 5 dias. A espessura do filme resultante está nominalmente entre 50 e 200 micrômetros (dependendo da concentração de solução de polímero, e da área superficial do leito de PTFE).

15 A solução aquosa de polímero pode ser vazada em uma espessura controlada em uma escala comercial usando métodos e técnicas convencionais conhecidos na técnica tais como vazamento de solução e técnicas de termoconformação.

20 Tipicamente, em vazamento de solução, as soluções aquosas de polímero são vazadas sobre uma placa ou uma correia usando um aplicador de filme onde são permitidas secarem. Os filmes podem ser então secos a vácuo, secos com ar etc. seguido por remoção da placa / correia. Técnicas de vazamento são descritas em Patente U.S. 5.272.191 publicada aos 21 de dezembro de 1993, de Ibrahim *et al.*, que é aqui incorporada como referência.

25 Filmes também podem ser preparados usando um processo de fusão, que tipicamente envolve misturar o polímero com água suficiente para fundir abaixo de sua temperatura de decomposição. A matriz de água e o polímero misturados são alimentados em uma extrusora, extrusados sob tensão através de um molde apropriado, esfriados com ar e coletados por um

dispositivo de coleta apropriado. Para preparar filmes, um filme tubular pode ser preparado por sopro de ar frio através do centro do tubo para esfriar o filme e para conferir uma tensão biaxial ao filme. Processos de extrusão também podem ser usados para preparar outros artigos moldados pelo emprego de moldes e formas apropriados. Exemplos de tais processos de termoconformação são descritos com mais detalhe em Patente U.S. 5.646.206 publicada aos 8 de julho de 1997, de Coffin *et al.*, aqui incorporada como referência.

O filme polimérico em geral forma uma “embalagem de liberação retardada” encapsulando o agente ativo. Uma embalagem de liberação retardada é uma que permanece intacta durante armazenagem e então se dispersa ou dissolve ao encontrar condições que reduzem a concentração de tensoativo adsorvido em sua superfície. Por exemplo, uma embalagem de liberação retardada encapsulando um agente condicionador de tecido pode permanecer intacta durante armazenagem e também no decorrer do ciclo de lavagem principal de um ciclo de lavagem automático; contudo, durante passagem no ciclo de enxágue, liberação do encapsulado pode ser acionada pela concentração reduzida de tensoativo no ambiente circundante do filme polimérico, isto acarretando uma concentração reduzida de tensoativo adsorvido na superfície do filme polimérico.

Uma fonte acionadora em adição à depleção de tensoativo absorvido também pode ser empregada. Exemplos adequados incluem aqueles descritos em WP-AI-02/102956 tais como fontes/materiais para causar mudanças em pH, temperatura, condições eletrolíticas, luz, tempo ou estrutura molecular. Tais acionadores podem ser usados em mútua combinação.

O próprio agente ativo também pode auxiliar e/ou controlar a dissolução e/ou dispersão do filme polimérico.

O filme polimérico preferivelmente possui uma espessura média de 50 μm a 500 μm , com maior preferência de 60 μm a 300 μm , mais

preferivelmente de 65 μm a 250 μm .

Tipicamente, o pacote de liberação retardada estará na forma de uma bolsa contendo o agente ativo. Alternativamente, ou adicionalmente, o pacote pode compreender uma rede ou matriz de filme e agente ativo, uma
5 interação física e/ou química existindo entre o filme e o agente ativo.

A embalagem de liberação retardada pode ser enchida em numerosos modos diferentes. “Encher” refere-se ao enchimento completo ou ao enchimento parcial por meio do qual um pouco de ar ou outro gás também é aprisionado dentro da embalagem de liberação retardada.

10 A embalagem de liberação retardada é preferivelmente formada pela técnica de formação-enchimento-vedação horizontal ou vertical.

(a) Formação-enchimento-vedação

Embalagens solúveis em água baseadas em PVOH derivado podem ser preparadas de acordo com qualquer um dos métodos de formação-
15 enchimento-vedação descritos em qualquer um de WO-A-00/55044, WO-A-00/55045, WO-A-00/55046, WO-A-00/55068, WO-A-00/55069 e WO-A-00/55015.

Por meio de exemplo, um processo de termoconformação é agora descrito no qual numerosas embalagens de liberação retardada são produzidas
20 a partir de duas folhas de material solúvel em água. Em relação a isto recessos são formados na folha de filme usando um molde de formação possuindo uma pluralidade de cavidades com dimensões correspondendo geralmente às dimensões das embalagens a serem produzidas. Em adição, uma única placa de aquecimento é usada para termoconformar o filme para todas as cavidades,
25 e na mesma maneira é descrita uma única placa de vedação.

Uma primeira folha de filme de PVOH derivado é puxado sobre um molde de formação de modo que o filme seja posicionado sobre a pluralidade de cavidades de formação no molde. Neste exemplo cada cavidade é em geral de forma de domo possuindo uma borda redonda, as bordas das cavidades

sendo adicionalmente arredondadas para remover quaisquer bordas pontudas que possam danificar o filme durante as etapas de formação ou de vedação do processo. Cada cavidade inclui adicionalmente um flange circundante elevado. Com o objetivo para maximizar a resistência da embalagem; o filme é liberado

5 ao molde de formação em uma forma livre de dobras e com tensão mínima. Na etapa de formação, o filme é aquecido para 100°C a 120°C, preferivelmente aproximadamente 110°C, por até 5 segundos, preferivelmente aproximadamente 700 microssegundos. Uma placa de aquecimento é usada para aquecer o filme, cuja placa é posicionada para superpor o molde de

10 formação. Durante esta etapa de preaquecimento, um vácuo de 50 kPa é puxado através da placa de preaquecimento para garantir contato íntimo entre o filme e a placa de preaquecimento, este contato íntimo garantindo que o filme seja aquecido igual e uniformemente (a extensão do vácuo é dependente das condições de termoconformação e do tipo de filme usado, contudo no

15 presente contexto foi verificado adequado um vácuo menor do que 0,6 kPa). Aquecimento não uniforme resulta em uma embalagem formada possuindo pontos fracos. Em adição ao vácuo, é possível soprar ar contra o filme para força-lo a contatar intimamente a placa de preaquecimento.

O filme termoconformado é moldado dentro das cavidades soprando o filme da placa de aquecimento e/ou succionando o filme para

20 dentro das cavidades formando assim uma pluralidade de recessos no filme que, uma vez formados, são retidos em sua orientação termoconformada pela aplicação de um vácuo através das paredes das cavidades. Este vácuo é mantido pelo menos até as embalagens serem vedadas. Uma vez formados os

25 recessos e mantidos na posição pelo vácuo, um agente ativo é adicionado em cada um dos recessos. Uma segunda folha de filme de PVOH derivado é então superposta sobre a primeira folha através de recessos preenchidos e termovedada sobre a mesma usando uma placa de vedação. Neste caso a placa de vedação quente, que é em geral plana, opera em uma temperatura de cerca

de 140°C a 160°C, e contata os filmes por 1 a 2 segundos e com uma força de 8 a 30 kg/cm², preferivelmente de 10 a 20 kg/cm². Os flanges elevados circundando cada cavidade garantem que os filmes sejam vedados juntos ao longo do flange para formarem uma vedação contínua. A borda arredondada de cada cavidade é pelo menos parcialmente formada por um material resiliestamente deformável, tal como por exemplo uma borracha de silicone. Isto resulta em força reduzida sendo aplicada na borda interna do flange de vedação para evitar dano de pressão/calor no filme.

Uma vez vedadas, as embalagens formadas são separadas da folha contínua de filme foliar usando meio de corte. Neste estágio é possível interromper o vário sobre o molde, e ejetar as embalagens formadas do molde de formação. Neste modo as embalagens são formadas, cheias e vedadas enquanto permanecem dentro do molde de formação. Em adição também podem ser cortadas enquanto dentro do molde de formação.

Durante as etapas de formação, enchimento e vedação do processo, a umidade relativa da atmosfera é controlada para cerca de umidade 50%. Isto é feito para manter as características de vedação por calor do filme. Quando se manuseiam filmes mais finos, pode ser necessário reduzir a umidade relativa para garantir que os filmes possuam um grau relativamente baixo de plastificação e sejam, portanto, mais duros e fáceis de manusear.

(b) Formação-enchimento-vedação vertical

Em uma técnica de formação-enchimento-vedação vertical (VFFS), um tubo contínuo de filme plástico flexível é extrusado. Ele é vedado, preferivelmente por vedação térmica ou ultra-sônica, no fundo, cheio com o agente ativo, vedado de novo acima do agente ativo e então removido do tubo contínuo, por exemplo por corte.

O tensoativo que é usado sobre o lado externo do filme polimérico pode ser um tensoativo não-iônico, catiônico, aniônico, zwitteriônico ou anfotérico.

O tensoativo pode estar presente como um revestimento sobre a superfície do filme polimérico ou pode estar presente em uma solução ou suspensão circundando o agente ativo encapsulado. Em modalidades nas quais o tensoativo está presente em uma solução circundante, o tensoativo em
5 solução está tipicamente em equilíbrio com o tensoativo absorvido na superfície externa do filme polimérico encapsulante. O nível de tensoativo absorvido na superfície externa do filme polimérico encapsulante deve ser suficiente para manter a integridade do filme.

Os métodos de liberação de um agente ativo líquido para lavagem
10 de roupas de acordo com a invenção tipicamente envolvem uma redução no nível de tensoativo absorvido na superfície externa do filme polimérico encapsulante. Esta redução é geralmente de 25% ou mais, em particular de 50% ou mais, e especialmente de 75% ou mais do nível de tensoativo absorvido na superfície externa do filme polimérico encapsulante antes da
15 redução.

A redução no nível de tensoativo absorvido na superfície externa do filme polimérico encapsulante pode ser realizada por diluição e/ou aquecimento do sistema de liberação. Diluição em geral envolve redução da concentração de tensoativo dissolvido em uma solução circundante de 25% ou
20 mais, em particular de 50% ou mais, e especialmente de 75% ou mais.

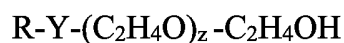
Aquecimento do sistema de liberação muitas vezes envolve aquecimento para a temperatura corporal ou acima. Uso de aquecimento nos métodos de liberação de acordo com a invenção em geral envolve um aumento em temperatura do sistema de liberação de 5°C ou maior, em particular de
25 10°C ou maior, e especialmente de 15°C ou maior.

O nível total de tensoativo sobre o lado externo do polímero pode ser de 0,001%, em particular de 0,01%, e especialmente de 0,1% do peso do filme polimérico - estes níveis mínimos sendo requeridos para garantir a estabilidade adequada para o filme. Com o propósito de o nível de tensoativo

sobre a superfície do filme polimérico ser suficientemente diluído para a ruptura do filme (quando desejado), pode ser importante que o nível total de tensoativo não seja muito alto. Em geral, o tensoativo está presente a 10% ou menos, em particular a 5% ou menos, e especialmente a 1% ou menos do peso do filme polimérico.

Tensoativos não-iônicos adequados incluem produtos de adição de óxido de etileno e/ou óxido de propileno com álcoois graxos, ácidos graxos e aminas graxas.

Tensoativos não-iônicos preferidos são tensoativos substancialmente solúveis em água de fórmula geral:



na qual R é selecionado do grupo consistindo de grupos acil-hidrocarbila e/ou alquila primária, secundária ou de cadeia ramificada; grupos alquenil-hidrocarbila primária, secundária ou de cadeia ramificada; e grupos hidrocarbila fenólicos substituídos com alquenila primária, secundária e de cadeia ramificada; os grupos hidrocarbila possuindo um comprimento de cadeia de 8 a cerca de 25, preferivelmente de 10 a 20, por exemplo 14 a 18 átomos de carbono; e na qual Y é O, CO.O, ou CO.N(R) no qual R possui o significado dado acima ou pode ser hidrogênio; e z é preferivelmente de 8 a 40, com maior preferência de 10 a 30; mais preferivelmente de 11 a 25, por exemplo de 12 a 22.

O nível de alcoxilação, z, denota o número médio de grupo alcoxila por molécula.

Tensoativos não-iônicos preferidos possuem um HLB de cerca de 7 a cerca de 20, com maior preferência de 10 a 18, por exemplo 12 a 16.

Tensoativos não-iônicos típicos incluem alcoxilatos de álcool primário e secundário, de cadeia linear e de cadeia ramificada; alcoxilatos de alquil-fenol; aleoxilatos olefínicos; e tensoativos baseados em poliol.

Alcoxilatos de álcool primário, de cadeia linear, adequados incluem os deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, e pentadecaetoxilatos de n-hexadecanol, e de n-octadecanol. Álcoois primários etoxilados exemplares úteis aqui são C₁₈ EO (10); e C₁₈ EO (11). Os etoxilatos de álcoois naturais mistos ou sintéticos na faixa de comprimento de cadeia de “sebo” também são úteis. Exemplos específicos de tais materiais incluem sebo-álcool-EO (11); sebo-álcool-EO (18), e sebo-álcool-EO (25), coco-álcool-EO (10), coco-álcool-EO (15), coco-álcool-EO (20) e coco-álcool-EO (25).

Alcoxilatos de álcool secundário, de cadeia linear, adequados incluem os deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, pentadeca-, octadeca-, e nonadeca-etoxilatos de 3-hexadecanol, de 2-octadecanol, de 4-eicosanol, e de 5-eicosanol. Álcoois secundários etoxilados exemplares aqui úteis são: C₁₆ EO (11); C₂₀ EO (11); C₁₆ EO (14).

Alcoxilatos de alquil-fenol adequados são os hexa- a octadeca-etoxilatos de fenóis alquilados, particularmente de alquil-fenóis mono-hídricos. Os hexa- a octadeca-etoxilatos de p-tridecil-fenóis, de m-pentadecil-fenil, e semelhante, também são aqui úteis. Alquil-fenóis etoxilados exemplares úteis como os modificadores de viscosidade e/ou de dispensabilidade das misturas são aqui; p-tridecil-fenol EO (11) e p-pentadecil-fenol EO (18).

Álcoois primários e secundários de cadeia ramificada adequados são disponíveis do bem conhecido processo “OXO”.

Tensoativos baseados em poliol apropriados incluem ésteres de sacarose tais como monooleatos de sacarose, alquil-poliglicosídeos tais como estearil-monoglicosídeos e estearil-triglicosídeos e alquil-poliglicosídeos.

Tensoativos catiônicos preferidos para uso sobre o lado externo do filme polimérico são os tensoativos catiônicos de cadeia única como descritos

no início como auxiliares de formulação e/ou dispersão para o encapsulado. As preferências e porções específicas que são adequadas para o propósito inicialmente descrito são também apropriadas para este último propósito.

5 Tensoativos aniônicos adequados para uso sobre o lado externo da forma polimórfica incluem aqueles tipicamente utilizados em processo de lavagem doméstica de roupas. Exemplos de tensoativos aniônicos apropriados são alquil-benzeno-sulfonatos lineares, particularmente alquil-benzeno-sulfonatos lineares possuindo um comprimento de cadeia alquila de C₈-C₁₅; alquil-sulfatos primários e secundários, particularmente C₈-C₁₅ alquil-sulfatos primários; alquil-éter-sulfatos; olefina-sulfonatos; alquil-xileno-sulfonatos; 10 dialquil-sulfo-succinatos; e sulfonatos de éster de ácido graxo. Sais de sódio são geralmente preferidos.

Embora perfume possa estar presente como parte do encapsulado (*vide supra*), ele pode estar presente em qualquer parte do sistema de 15 liberação. Os seguintes comentários aplicam-se a qualquer perfume presente no sistema de liberação, independente de sua localização.

Perfumes preferidos são de natureza lipofílica, tipicamente possuindo uma solubilidade em água de 0,01 g/ml ou menor em particular de 0,005 g/ml, e especialmente de 0,003 g/ml em água a 20°C. Tais perfumes 20 podem ser referidos como perfumes insolúveis em água.

Perfumes típicos adequados para uso na presente invenção contêm numerosos ingredientes que podem ser produtos naturais ou extratos tais como óleos essenciais, absolutos, resinóides, resinas etc. e componentes de perfume sintético tais como hidrocarbonetos, álcoois, aldeídos, cetonas, éteres, ácidos, 25 ésteres, acetais, cetais, nitrilas, fenóis, etc. incluindo compostos saturados e insaturados, compostos alifáticos, alicíclicos, heterocíclicos e aromáticos. Exemplos de tais componentes de perfume são encontrados em “Perfume and Flavour Chemicals”, de Steffen Arctander (Library of Congress Catalogue No. 75-91398).

Os sistemas de liberação da invenção, em particular os encapsulados, podem conter um ou mais outros componentes convencionalmente incluídos em seu tipo de produto específico; exemplos incluem agentes tamponantes de pH, carreadores de perfume; agentes fluorescentes, colorantes, hidrótropos, agentes antiespumantes, agentes de anti-redeposição, polieletrólitos, enzimas, agentes abrillantadores ópticos, agentes perolentes, agentes de anti-encolhimento, agentes de anti-rugas, agentes de antimanchamento, germicidas, fungicidas, agentes de anti-corrosão, agentes proporcionadores de drapejo, agentes anti-estáticos, auxiliares de alisamento, inibidores de crescimento de cristal, antioxidantes, agentes de anti-redução e corantes.

A invenção agora será adicionalmente ilustrada com referência aos seguintes exemplos não limitantes. Todas as quantidades são % em peso, a não ser que sejam enunciadas de outro modo.

Tabelas 1 e 2 ilustram composições de encapsulado adequadas para uso como composições amaciantes de tecido. As composições foram preparadas por métodos conhecidos na técnica. Podem ser encapsuladas em um filme polimérico e combinadas com um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico de acordo com a invenção.

Tabela 1

Composição	1	2
Quat ^a	93-99	-
Quat ^b	-	22,8
Sirius M85 ^c	-	39,2
ER 209 ^d	-	15
Hexileno-glicol	-	10
Tergitol 15-S-7 ^e	-	6
Perfume	1-4	4
Água	0-5	3

^a Tretranyl AOT-1 da Kao (80% ativo em dipropileno-glicol 20%);

^b cloreto de sebo-diendurecido-dimetil-amônio (75% ativo em propileno-glicol 20%);

^c óleo mineral ramificado de peso molecular médio 288, da Fuchs;

^d ericato de sacarose esterificado 50%, da Mitsubishi Foods;

^e alquil-álcool secundário com um grau médio de etoxilação de 7, da Union Carbide.

Tabela 2

Composição	3	4	5	6
Quat ^a	35	35	35	35
Perfume	3	3	3	3
Estol 1545 ^b	27	27	27	27
Estasol ^c	10			
NMP ^d		10		
DMDO ^e			10	
Benzil-álcool				10
Coco-3 ^f	5	5	5	5

^a cloreto de 1,2-dissebooil-óxi-etil-3-trimetil-amônio-propano

^b óleo de éster

^c mistura de metil-ésteres de ácidos adípico, glutárico e succínico

^d N-metil-pirrolidona

^e Dimetil-sulfóxido

^f Coco-álcool 3 EO

Outros encapsulados adequados para uso como composições amaciantes de tecido podem ser preparados na seguinte maneira.

- 5 Uma massa fundida substancialmente não-aquosa pode ser preparada por aquecimento de um vaso de reação para pelo menos 50°C, adicionando um óleo e um tensoativo não-iônico no vaso e agitando a mistura. Um tensoativo-catiônico e um ácido graxo e/ou álcool de cadeia curta ou longa são então adicionados no vaso, e a velocidade de agitação é formada. Agitação é continuada até ser formada uma mistura homogênea. A mistura é
- 10 então deixada esfriar para a temperatura ambiente, sob agitação continua. Opcionalmente perfume e/ou estruturante polimérico (tal como descrito em WO99/43777) são então adicionados na mistura.

- 15 Uma microemulsão substancialmente não-aquosa é preparada por misturação sob agitação baixa de um óleo, um solvente tal como um álcool de peso molecular baixo, e auxiliar de dispersão tal como um tensoativo não-

iônico, um tensoativo catiônico e 10% em peso ou menos de água até ser formada uma composição transparente. Com o objetivo de auxiliar a formação de microemulsão transparente, a mistura pode ser aquecida como requerido. Perfume pode ser opcionalmente adicionado na mistura em qualquer estágio.

- 5 Uma emulsão concentrada substancialmente não-aquosa é preparada por aquecimento de água para uma temperatura acima de 50°C, adição de um emulsificador, pré misturação de um tensoativo catiônico, tensoativo não-iônico e óleo e adição disto na água. Opcionalmente o produto é moído e então permitido esfriar. Uma vez abaixo de 50°C, perfume é
- 10 adicionado.

Preparação de materiais poliméricos

- Uma solução a 10% em peso de PVOH em água foi preparada por adição de 100 g de PVOH (Mowiol 20-98 (nome comercial), da Kuraray Specialities) e 900 g de água desmineralizada em um frasco e aquecimento
- 15 para 70°C. Nesta, foram adicionados 10 ml de ácido clorídrico (solução aquosa a 36%) para catalisar a reação e então butiraldeído foi adicionado. A mistura foi então agitada à 70°C por 5 horas sob uma atmosfera inerte, após este tempo o aquecimento foi interrompido e agitação foi continuada por mais 20 horas na temperatura ambiente. A mistura reacional foi então trazida para
- 20 um pH de 7 usando uma solução de hidróxido de sódio.

 A solução resultante foi precipitada em acetona para dar um polímero de PVOH acetalizado o qual foi lavado repetidamente com acetona (500 ml) e então com água (50 ml). Ele foi então seco sob vácuo a 70°C durante a noite para dar um polímero branco.

- 25 A extensão de acetalização analisada foi de 10,4%.

Preparação de filme polimérico

 A resina de poli(vinil-álcool)-butiral (PVA-BA) preparada acima foi diluída para uma solução a 7% m/m com água desmineralizada. A solução resultante foi derramada sobre uma bandeja de folha revestida com PTFE. A

solução de polímero foi então deixada evaporar para produzir filmes. A espessura dos filmes foi ajustada pelo aumento ou pela diminuição do volume de polímero líquido dosado em um dado espaço. Após 2 ou 3 dias, os filmes foram removidos da bandeja de PTFE, e uma espessura média foi medida em 5 regiões dos filmes vazados usando um micrômetro eletrônico. Os filmes foram então armazenados a 23°C e em umidade relativa de 50% por 2 dias antes da avaliação.

Os seguintes exemplos ilustram o efeito da concentração de tensoativo aniônico/não-iônico sobre o PVOH derivado com butiraldeído. O método de teste de lâmina descrito abaixo foi empregado como uma triagem para os filmes poliméricos.

Teste de ruptura do filme

A avaliação do efeito da concentração de tensoativo aniônico / não-iônico sobre o material polimérico é feita baseada em suas características de dissolução e de erosão usando um regime de teste de lâmina.

Isto é denotado pelo tempo de ruptura, i.e. O primeiro tempo quando o polímero se rompe e o conteúdo flui lado interno do sachê para dentro do líquido circundante.

Uma lâmina de filme foi usada para manter no lugar um vazado de filme de 30 mm x 30 mm em uma espessura de 100-200 µm. A lâmina e o filme foram então imersos quer em uma solução de tensoativo detergente quer em água de torneira em um béquer de 1 litro. A lâmina e o filme a ser testado foram agitados na temperatura ambiente a 293 rpm até o filme polimérico ser rompido.

Filmes foram preparados a partir de polímero sintetizado acima e a natureza dos filmes testados é dada na Tabela. Os resultados do teste de ruptura são dados na Tabela 4.

Tabela 3

Amostra	Espessura do filme ^a	Base ^b	Grau modificado ^c	Sólidos ^d	mPa.s ^e
1	184	20-98	9	15,53	20,6
2	150	20-98	11	15,6	20,8
3	Não medida	20-98	12	15,7	21,1
4	192	26-88	10	15,46	23,4
5	173	26-88	12	15,6	26,2
6	149	28-99	10	10,83	24,2
7	166	28-99	11	10,75	25,6
8	110	28-99	12	10,81	24,11
9	185	20-98	10	15,6	20,7

^a µm. Média de 5 leituras através da superfície do filme;

^b PVOH base hidrolisado empregado durante a derivação (faixa Mowiol, da Kuraray);

^c Grau de modificação de butiral (percentagem de grupo butiral baseado em pares –OH na resina);

^d Conteúdo de polímero da resina base como fornecido;

^e Viscosidade a 4% m/m medida a 20°C em um Rotoviscosímetro Haake 106⁻¹ usando um balancim e um copo NV.

Tabela 4

Amostra	Ponto de névoa ^a	Ponto de precipitação ^b	Tempo de ruptura em detergente ^c	Tempo de ruptura em água ^d	T_w/T_T ^e
1	<25	46	29	20	1,5
2	<25	37	36	6,5	5,5
3	<25	35	-	-	-
4	<25	31	7	5	1,4
5	<25	28	0,25	4	0,07
6	34	40	25	15	1,7
7	32	38	20,3	2,8	7,25
8	29	34	13	10	1,3
9	<25	42	60	7	8,57

^a Temperatura (°C) na qual o polímero começa a se tornar mais hidrofóbico devido a um efeito de LCST;

^b Temperatura (°C) na qual ocorre a precipitação do polímero devido ao comportamento LCST hidrofóbico;

^c Tempo (minuto) para filme romper em 1,66 g/l de Ultra Wisk (nome comercial) para o filme romper em água de torneira na temperatura ambiente;

^e Razão do tempo de ruptura em Ultra Wisk comparado com a água de torneira.

O polímero da amostra 9 foi vazado para uma espessura de 200 μm e posicionado sobre uma lâmina. O efeito da alteração da concentração de um detergente de lavagem premium (Ultra-Wisk, nome comercial) foi então medido usando o regime de teste de lâmina na temperatura ambiente, como descrito acima.

Os resultados são dados na Tabela 5 e claramente mostram que o tempo de ruptura varia significativamente com o nível de tensoativo.

Tabela 5

Detergente ^a g/l	Tempo de ruptura, minutos
0	7
0,008	13
0,016	18
0,035	29
1,660	65

^aUltra-Wisk obtido em U.S; Fevereiro de 2001.

Uma amostra de polímero 9 foi vazada para 90 μm de uma solução a 15%. O filme resultante foi condicionado a 20°C e em R.H. de 65% por 24 horas. Um Tergômetro foi cheio com 1 litro de água Wirral fria (15-20°PH) opcionalmente contendo 2 g/litro de solução Wisk (Wisk obtida em U.S. Maio 2003) e ajustado para agitar a 75 r.p.m. Imediatamente após o início da agitação o filme foi posicionado dentro do pote, e visualmente inspecionado para fragmentação (inspeção foi interrompida após 15 minutos). O teste foi repetido 3 vezes. Os resultados são dados na Tabela 6.

Tabela 6

Amostra	Peso do filme (g)	Solução	Tempo para fragmentar (minutos)
1	0,47	A	>15
2	0,38	A	>15
3	0,45	A	>15
4	0,39	B	3
5	0,42	B	7
6	0,53	B	4

"A" é uma solução de 2g/litro de wisk em 1 litro de água Wirral fria.

"B" é 1 litro de água Wirral fria.

Fragmentação ocorre quando o filme polimérico rompe em mais do que um pedaço.

Avaliação da extensão da derivação com butiral

Filmes foram vazados usando o polímero da amostra 9 e vários níveis de grupo derivador butiral (preparado como descrito acima). O método de teste de lâmina foi usado para medir o tempo de ruptura em detergente (T_w) e o tempo de ruptura em água (T_T).

Os resultados são dados na Tabela 7 e ilustram que um grau de modificação acima de 6% de butiral significativamente aumenta o tempo de ruptura.

Tabela 7

Butiral %	T _w minutos	T _T minutos	T _w /T _T
6	20	6	3,33
9,3	40	16	2,5
12,5	45	13	3,46

T_w = tempo para ruptura do filme em 1,66 g/K de solução Wisk,

T_T = tempo para ruptura do filme em água de torneira,

T_w/T_T = razão de tempo de ruptura em solução Wisk: tempo de ruptura em água de torneira.

Avaliação da viscosidade

A amostra. 9 foi diluída para 7% usando quer água desmineralizada quer SDS a 20 g/litro. A viscosidade da resina diluída foi então medida.

Os resultados são dados na seguinte Tabela 8 e demonstram que o tensoativo aniônico está interagindo com o filme polimérico para formar uma estrutura semelhante a gel.

Tabela 8

SDS g/l	Viscosidade, mPA.s ^a
0	230
20	970

^a Medida em um Rotoviscosímetro Haake a 25,4° C e 20s⁻¹ usando um balancim e copo NV.

Outros filmes poliméricos

5 Numerosos outros filmes poliméricos foram preparados pelo método descrito. Tabelas 9-11 indicam a natureza dos polímeros preparados e suas interações com tensoativos. Está claro destes resultados que uma ampla variedade de filmes poliméricos possuem interações com tensoativos catiônicos, aniônicos e não iônicos, indicando muitas modalidades possíveis da invenção.

O seguinte protocolo é uma versão modificada daquele encontrado em Patente Europeia, EP 0283180 da Aicello Chemical Co.:

10 Uma solução homogênea a 10% em peso de material inicial de poli(vinil-álcool) foi acuradamente adicionada em um vaso reator de vidro (20 g Kuraray Mowiol 29-98 em 180 ml de água deionizada). A solução foi aquecida para 70°C com agitação constante a ~600rpm (visto que a reação é muito viscosa é necessário usar quer uma lâmina impulsora motorizada
15 suspensa quer utilizar uma placa de agitador magnético de tarefa pesada, qualquer que seja o uso dá agitação eficiente). Depois catalisador HCl (2 ml de uma solução a 37% em peso) foi adicionado na solução agitada. Isto foi calculado de modo que a razão molar: [HCl]/[repetições de polímero OH]~0,056.

20 Uma solução estoque diluída de aldeído em solução aquosa é preparada e a quantidade requerida desta é adicionada em gotas, lentamente, no reator durante ~1 hora. Após a adição ser completada, a reação é então agitada por 5 horas a 70°C.

O nível de derivação alcançado é indicado nas Tabelas.

Tabela 9

Polímero inicial ^a	Grupo derivador ^b	Força de interação com LAS (aniônico)
Mowiol 6-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal, sal de iodeto de metila 50:50 (10,33 % substituído)	++
Mowiol 6-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal, sal de iodeto de metila 50:50 (7,58 % substituído)	+
Mowiol 6-98	Butiraldeído (5,02 %) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal, sal de iodeto de metila (4,14%)	+
Mowiol 6-98	Butiraldeído (3,58 %) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal, (3,52%)	+ (nota também interação NI)
Mowiol 6-98	Benzaldeído (13%)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 6-98	Benzaldeído (6,56%)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 6-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal sal de iodeto de metila (7,06%)	++
Mowiol 6-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (7,05 %)	++ (nota interação NI)
Mowiol 6-98	2-hexanal (13%)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal-, sal de iodeto de metila 50:50 (12,41)	+++
Mowiol 10-98	Butiraldeído (3,10) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal, sal de iodeto de metila (2,16)	+
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (9,2)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (12,9)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (9,4)	+ (nota interação NI)
Mowiol 10-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (7,97)	+++
Mowiol 10-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (11,8)	+++
Mowiol 10-98	Butiraldeído (6,96)	+
Mowiol 8-88	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (6,14)	++
Mowiol 5-88	Butiraldeído (6,35) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (6,32)	++

Mowiol 5-88	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (12,98)	+++
Mowiol 5-88	2-etil-hexanal (10,02)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e 2-etil-hexanal 50:50 (6,75)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (13,26)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (6,51)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído (6,28) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (6,79)	+++
Mowiol 20-98	Benzaldeído (12,76)	++ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Benzaldeído (9,67)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (10,02)	+++ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	2-etil-hexanal (9,19)	+ (nota interação CTAC e NIC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído (7,10)	+
Mowiol (18-88)	Butiraldeído (4,84) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (4,26)	++
Mowiol (18-88)	Butiraldeído (3,31) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (3,01)	+
Mowiol 18-88	Benzaldeído (6,95)	+
Mowiol 18-88	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (13)	+++
Mowiol 18-88	2-etil-hexanal (12,96)	+ (nota interação CTAC e NIC)

a, Da KSE primeiro dígito refere-se ao peso molecular baseado na viscosidade de uma solução a 4% m/m;

b, o material usado para derivar o PVOH (todas as reações foram conduzidas em meio aquoso);

c, +++ = interação intensa acarretando precipitação; ++ = névoa densa e algumas vezes precipitação; + = névoa,

Tabela 10

Polímero inicial ^a	Grupo derivador ^b	Força de interação com CTAC (catiônico) ^c
Mowiol 6-98	Butiraldeído (6,2) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (6,52)	+++

Mowiol 6-98	Benzaldeído (13)	+ (nota interação LAS e NI)
Mowiol 6-98	Benzaldeído (6,56)	+ (nota interação LAS e NI)
Mowiol 6-98	Sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (9,98)	+++
Mowiol 10-98	2-etil-hexanal (13)	+ (nota interação LAS e NI)
Mowiol 10-98	Butiraldeído (3,71) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (3,47)	+ (nota interação com NI)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (9,2)	+ (nota interação LAS e NI)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (12,9)	+ (nota interação LAS e NI)
Mowiol 10-98	Benzaldeído (6,44)	+ (nota interação com NI)
Mowiol 10-88	Sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (6,78)	+++
Mowiol 5-88	Butiraldeído (3,55) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (3,73)	++
Mowiol 5-88	Benzaldeído (9,51)	+ (nota interação com NI)
Mowiol 5-88	Sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (12,92)	+++
Mowiol 20-98	Butiraldeído (6,63) e Benzaldeído (6,70)	+ (nota interação com NI)
Mowiol 20-98	Butiraldeído (4,61) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (5,30)	+++
Mowiol 20-98	Butiraldeído e 2-etil-hexanal 50:50 (6,75)	+ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (13,26)	+ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (6,51)	+ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	Benzaldeído (12,76)	++ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	Benzaldeído (9,67)	+ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	Sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (13,28)	+++
Mowiol 20-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (10,02)	+ (nota interação com LAS e NI)
Mowiol 20-98	2-etil-hexanal (9,19)	++ (nota interação com LAS e NI)

Mowiol 18-88	Butiraldeído (3,54) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (3,57)	+++
Mowiol 18-88	Benzaldeído (12,84)	+ (nota interação com NI)
Mowiol 18-88	Sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (9,81)	+++
Mowiol 18-88	2-etil-hexanal (12,96)	+ (nota interação com NI)

a, b, c; como para Tabela 9

Tabela 11

Polímero inicial ^a	Grupo derivador ^b	Força de interação (3 EO não iônico) ^c
Mowiol 6-98	Butiraldeído (3,58) e 4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (3,52)	+ (nota interação com LAS)
Mowiol 6-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (6,7)	+
Mowiol 6-98	Benzaldeído (13)	++ (nota interação com LAS e CTAC)
Mowiol 6-98	Benzaldeído (6,56)	++ (nota interação com LAS e CTAC)
Mowiol 6-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (7,05)	+ (nota interação com LAS)
Mowiol 6-98	2-etil-hexanal (13)	+ (nota interação com CTAC e LAS)
Mowiol 10-98	Butiraldeído (3,71) e sal de sódio de ácido 2-benzaldeído-sulfônico (3,47)	+ (nota interação com LAS e CTAC)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (9,2)	+ (nota interação com LAS e CTAC)
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (12,9)	+
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (12,3)	+
Mowiol 10-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (9,4)	+
Mowiol 10-98	Benzaldeído (6,44)	++ (nota interação com LAS e CTAC)
Mowiol 10-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (11,8)	+ (nota interação com LAS)
Mowiol 10-98	2-etil-hexanal (7,16)	+ (nota interação CTAC)
Mowiol 10-98	Propionaldeído (13,7)	+
Mowiol 10-98	Butiraldeído (6,96)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 8-88	Propionaldeído (10)	+
Mowiol 8-88	Propionaldeído (6,76)	+
Mowiol 8-88	Propionaldeído (9,88)	+

Mowiol 5-88	Benzaldeído (9,51)	+ (nota interação CTAC)
Mowiol 5-88	2-etil-hexanal (10,02)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído (6,63) e Benzaldeído (6,7)	+ (nota interação CTAC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e 2-etil-hexanal 50:50 (6,75)	++ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (13,26)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	Butiraldeído e propionaldeído 50:50 (6,51)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	Benzaldeído (12,76)	+++ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	Benzaldeído (9,67)	++ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	4-amino-butiraldeído-dimetil-acetal (10,02)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 20-98	2-etil-hexanal (9,19)	++ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 18-88	Butiraldeído e 2-etil-hexanal 50:50 (9,41)	++
Mowiol 18-88	Benzaldeído (6,95)	+ (nota interação LAS e CTAC)
Mowiol 18-88	Benzaldeído (12,84)	++ (nota interação com CTAC)
Mowiol 18-88	2-etil-hexanal (12,96)	++ (nota interação com LAS e CTAC)

a, b, c; como para Tabela 9

Acionador de temperatura

O seguinte estudo investigou a ligação de LAS com o derivado de butiral 20-98 usando calorimetria isotérmica para medir a extensão da interação. Tabela 12 ilustra a redução de interação encontrada em temperaturas crescentes.

5

Tabela 12

Temperatura (°C)	LAS (mM) ligado em polímero
14	6,14
30	6,8
45	3,67
60	1,35

Avaliação do filme em operação de lavagem de roupas

Preparação de cápsula

O polímero de amostra 9 foi vazado para formar um filme medindo 10 cm x 10 cm e uma espessura de 50 μm , 90 μm ou 100 μm . Este foi dobrado na metade e 3 dos 4 lados foram vedados por calor a 150°C usando um vedante térmico Hulme-Hunter para formar uma bolsa. 20 g de uma formulação consistindo de 96% em peso de Tetranyl AOT-I (um material amaciante de amônio quaternário baseado em trietanol-amina, 80% ativo da Kao) e 4% em peso de perfume (daqui em diante referida como formulação “A”) ou 20 g de uma formulação compreendendo 96% em peso de Tetranyl AOT-I, 3% em peso de água e 1% em peso de perfume (daqui em diante referida como formulação “B”) foram então introduzidos na bolsa, e o topo do filme foi vedado para formar uma cápsula. A cápsula foi então armazenada a 23°C e em umidade relativa de 50% por 2 dias antes da avaliação.

Avaliação de lavagem à máquina

Uma máquina lavadora de carregamento por cima (Whirlpool) foi cheia com 65 litros de água (6° de Dureza Francesa a 15°C). 110 g de licor de lavagem (Ultra Wisk) foram adicionados e cuidadosamente agitados por 10 minutos até dissolvidos. 3,5 kg de uma carga de contra-peso mista compreendendo 1 kg de toalha Terry, 1 kg de popelina de algodão e 0,5 kg de poliéster foram então adicionados, juntamente com dez monitores de toalha Terry de 20 cm x 20 cm, seguidos pela cápsula formada de um filme de espessura de 100 μm contendo formulação “A”. A máquina foi então ajustada para uma lavagem de 18 minutos a 15°C, uma centrifugação, e um enxágue (5 minutos). Após a fase de lavagem a integridade da cápsula foi avaliada visualmente, e verificada que estava muito flácida, mas ainda intacta. Após o término do programa; a roupa e o cesto foram inspecionados para qualquer filme polimérico gelificado residual. Nenhum resíduo foi encontrado.

Avaliação de maciez

Os monitores de toalha Terry foram recuperados e o amaciamento foi avaliado após secagem em secadora rotativa contra os controles secos em secadora rotativa por um painel treinado de 10 pessoas usando teste de comparação pareado. Resultados foram analisados em nível de C.I. de 95% e são dados na Tabela 13.

Tabela 13

Tratamento	Preferência %
Detergente apenas	22
Detergente & cápsula	78

Os resultados indicam claramente que os benefícios de amaciamento foram perceptíveis quando a cápsula estava presente.

Avaliação do perfume

O enxugamento Terry também foi avaliado pelo painel (teste de comparação pareada) para preferência de perfume de ambos sobre pano úmido (seco em varal por 5 h) e após secagem em secadora rotativa.

Os resultados são dados na seguinte Tabela 14.

Tabela 14

Tratamento	Preferência %
Detergente apenas - avaliação antes da secagem em secadora rotativa	21
Detergente & cápsula - avaliação antes da secagem em secadora rotativa	79
Detergente apenas - avaliação após a secagem em secadora rotativa	20
Detergente & cápsula - avaliação após a secagem em secadora rotativa	80

Os resultados indicam claramente que, melhorias significativas em benefícios de perfume são alcançadas quando a cápsula está presente no processo de tratamento de lavagem de roupas.

A investigação para resíduo geleificado foi conduzida em mais 3 ocasiões, sob condições de lavagem em máquina descritas no exemplo acima.

Em todas as três ocasiões não foi encontrado qualquer resíduo sobre o pano, o cesto ou o eixo do agitador.

Avaliação adicional em operação de lavagem de roupas

Uma máquina lavadora de carregamento por cima Whirlpool U.S. foi cheia com 2,5 kg de contra-peso misto (toalha Terry, poli-algodão, poli-éster, pano de algodão) com 6 monitores de toalha terry (20 cm x 20 cm). A máquina foi permitida encher com 65 litros de água fria a 15°C, e 6°F.H. 110 g de Ultra- Wisk foram adicionados. Uma super-lavagem 10 ou 18 foi selecionada seguida por um único enxágue e centrifugação. As cápsulas compreendendo a formulação "B" e as composições para tratamento de tecido não encapsuladas foram adicionadas em vários estágios do ciclo de lavagem. Após a completitude do ciclo o contra-peso, os monitores foram Secos em uma secadora o Whirlpool V.S. Os monitores foram então isolados, e tratados com corante azul de bromo-fenol com o propósito de indicar a intensidade e a uniformidade da cobertura de amaciante catiônico.

O teste de azul de bromo-fenol consistiu de corante azul de bromo-fenol (0,7 g) dissolvido em etanol (10 g), adicionado em água quente (5 ml) e então adicionado em 10 litros de água Wirral fria (pH final de 7,4).

Os monitores foram então adicionados na solução de azul de bromo-fenol, deixados na temperatura ambiente por 15 minutos com agitação ocasional e então enxaguados cuidadosamente até que as águas de enxágue ficassem límpidas. As roupas foram então centrifugadas por 30 segundos para remover qualquer excesso de água, e deixadas secar em varal longe da luz solar direta.

Os monitores foram então visualmente avaliados via um painel treinado de 8 pessoas para uniformidade de deposição sobre uma escala de 1-5 na qual 1 denota muitas manchas dispersas e 5 denota cobertura completa, e intensidade de corante azul também sobre uma escala de 1-5 na qual 1 denota muito claro e 5 denota muito escuro.

Na Tabela 15, a cápsula foi formada de um vazamento de filme para 50 micrômetros e foi usado o ciclo de lavagem de 18 minutos.

Tabela 15

Tratamento	Uniformidade	Intensidade
Cápsula contendo 20 g de formulação “B” após o início do ciclo de lavagem	3	4
20 g de formulação “B” adicionados no início do ciclo de enxágue	4	4
20 g de formulação “B” adicionados no início do ciclo de lavagem	1	1
30 ml de Ultra-Snuggle no início do ciclo de enxágue	5	4
Cápsula contendo 20g de formulação “B” rompida à mão e adicionada no início do ciclo de lavagem	1	1
20 g de formulação “B” pré-dispersada em 200ml de água deionizada e adicionadas no início do ciclo de enxágue	5	4

Na seguinte tabela, a cápsula foi formada de um vazamento de filme para 90 micrômetros e foram usados ambos os ciclos de lavagem de 10 minutos e 18 minutos.

Amaciamento foi avaliado por um painel treinado de 6 pessoas sobre uma escala linear de 0 a 100 na qual 0 denota não macio e 100 denota extremamente macio. Os resultados foram analisados usando estatística Anova e Tukey-Kramer HDS. Perfume foi avaliado por um painel treinado de 8 pessoas sobre uma escala de 0 a 5 na qual 0 denota nenhum perfume e 5 denota perfume muito intenso. Avaliação de perfume foi feita sobre tecidos úmidos imediatamente após remoção da máquina lavadora e também 24 horas após remoção da secadora rotativa. Os resultados são mostrados na Tabela 16.

Tabela 16

Tratamento	Amaciamento	Perfume (úmido)	Perfume (24h)
30 ml de Ultra-Snuggle adicionados no início enxágue após o término do ciclo de 18 minutos	59,2	2,25	1,88

Cápsula contendo 20 g de formulação “B” adicionados no início do ciclo de lavagem de 18 minutos	64,1	2,33	1,98
Cápsula contendo 20 g de formulação “B” adicionada no início do ciclo de enxágue após o término do ciclo de lavagem de 18 minutos	45,3	2,24	1,67

REIVINDICAÇÕES

1. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, caracterizado pelo fato de compreender um agente ativo líquido para lavagem de roupas encapsulado por um filme polimérico compreendendo uma estrutura principal polimérica derivada de um polímero que é solúvel em água, e um ou mais grupos derivadores ligados na estrutura principal, o(s) grupo(s) derivador(es) sendo derivado(s) de um material originário possuindo um ClogP de 0,5 a 6, em que o material originário é selecionado do grupo consistindo de acetais, cetais, ésteres, fluoro-orgânicos, éteres, epóxidos, alcanos, alquenos e compostos aromáticos, o sistema de liberação também compreendendo um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico.

2. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o(s) grupo(s) derivador(es) é (são) derivado(s) de um material originário compreendendo uma cadeia hidrocarbila C_3 a C_{22} .

3. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, caracterizado pelo fato de compreender um agente ativo líquido para lavagem de roupas encapsulado por um filme polimérico compreendendo um poliol hidrofobicamente modificado, e um ou mais grupo(s) derivador(es) sendo derivado(s) de um material originário selecionado do grupo consistindo de acetais, cetais, ésteres, fluoro-orgânicos, éteres, epóxidos, alcanos, alquenos e compostos aromáticos, o sistema de liberação também compreendendo um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico.

4. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o poliol hidrofobicamente modificado é um poli(vinil-álcool) hidrofobicamente modificado.

5. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 3 ou 4, Caracterizado pelo fato de que o poliol é hidrofobicamente modificado por grupos possuindo de 3 a 22 átomos de carbono.

6. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 5, caracterizado pelo fato de que o poliol é hidrofobicamente modificado por grupos acetal.

5 7. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o poliol é hidrofobicamente modificado por grupos acetal aromáticos.

8. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que os grupos acetal aromáticos são derivados de benzaldeído.

10 9. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que os grupos acetal são derivados de butiraldeído.

10. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 9, caracterizado pelo fato de que o poliol compreende alguns grupos hidroxila esterificados.

15 11. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o número de grupos hidroxila esterificados no poliol é de 1 a 30%, preferivelmente de 1 a 20%, e mais preferivelmente de 1 a 12% do total.

20 12. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 11, caracterizado pelo fato de que o grau de modificação hidrofóbica do poliol é de 0,1 a 40%, preferivelmente de 2 a 30%, mais preferivelmente de 5 a 15%, por exemplo de 8 a 12% em peso, baseado no peso total de poliol.

25 13. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 12, caracterizado pelo fato de que o poliol compreende grupos hidrofóbicos e pares de grupos hidroxila livres em uma razão de 1:3 a 1:30, preferivelmente de 1:4 a 1:20, e mais preferivelmente de 1:7 a 1:15, por exemplo de 1:8 a 1:13.

14. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o tensoativo está adsorvido sobre a superfície externa do filme polimérico.

5 15. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de compreender um fluido carreador aquoso contendo tensoativo.

16. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o carreador compreende um tensoativo não-iônico ou catiônico.

10 17. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o filme polimérico compreende um plastificante e/ou um rompedor de cristalinidade.

15 18. SISTEMA DE LIBERAÇÃO, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que o plastificante e/ou rompedor de cristalinidade é di(propileno-glicol).

19. MÉTODO PARA LIBERAR UM AGENTE ATIVO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM ALVO, caracterizado pelo fato de compreender diluição e/ou aquecimento de um sistema de liberação como definido em qualquer uma das reivindicações precedentes e o contato de
20 citado sistema de liberação com o alvo.

20. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que a diluição e/ou o aquecimento do sistema de liberação é realizada(o) simultaneamente com o contato do sistema de liberação com o alvo.

25 21. MÉTODO PARA LIBERAR UM AGENTE DE TRATAMENTO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM MATERIAL TÊXTIL, caracterizado pelo fato de compreender um método como definido na reivindicação 19 ou 20.

22. MÉTODO, de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de ser realizado durante um procedimento doméstico de lavagem de roupas.

RESUMO

"SISTEMA DE LIBERAÇÃO, E, MÉTODOS PARA LIBERAR UM AGENTE ATIVO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM ALVO E PARA LIBERAR UM AGENTE DE TRATAMENTO LÍQUIDO PARA LAVAGEM DE ROUPAS EM UM MATERIAL TÊXTIL"

A presente invenção refere-se a um sistema de liberação e a um método para a liberação controlada de um agente ativo líquido para lavagem de roupas. O sistema de liberação compreende um agente ativo líquido para lavagem de roupas encapsulado por um filme polimérico compreendendo uma estrutura principal polimérica derivada de um polímero que é solúvel em água, e um ou mais grupos derivadores ligados na estrutura principal, o(s) grupo(s) derivador(es) sendo derivado(s) de um material originário possuindo um ClogP de 0,5 a 6, em que o material originário é selecionado do grupo consistindo de acetais, cetais, ésteres, fluoro-orgânicos, éteres, epóxidos, alcanos, alquenos e compostos aromáticos, o sistema de liberação também compreende um tensoativo sobre o lado externo do filme polimérico.