



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 287 367**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

D06M 23/12 (2006.01)

D06M 15/19 (2006.01)

D06M 15/507 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03003177 .7**

86 Fecha de presentación : **18.02.2003**

87 Número de publicación de la solicitud: **1449912**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **25.08.2004**

54

Título: **Composiciones acuosas con compuestos activos microencapsulados.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.12.2007

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.12.2007

73

Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72

Inventor/es: **Bonastre Gilabert, Nuria;**
Sánchez, Agustín y
De Moragas, María

74

Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 287 367 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones acuosas con compuestos activos microencapsulados.

5 Campo de la invención

La invención se encuentra en el campo de los agentes o composiciones para el tratamiento de ropa en lavandería y se refiere a composiciones nuevas con compuestos activos microencapsulados que dificultan que se vuelva a ensuciar, un método para el tratamiento de textiles así como el uso de compuestos activos especiales microencapsulados para el
10 acabado de las prendas lavadas.

Estado de la técnica

Por parte del consumidor moderno se espera que las preparaciones de tratamiento de prendas a lavar o ya lavadas
15 cumplan requisitos permanentemente crecientes. Ya han pasado los tiempos cuando se consideraba suficiente retirar completamente diversas manchas de las diversas telas, a temperaturas lo más bajas posibles. Hoy en día las preparaciones de tratamiento de ropa para lavar o lavada estándar debe satisfacer los requisitos más complejos comenzando con el cuidado para la ropa y terminando con el cuidado para el que la viste. El interminable número de publicaciones de patentes sobre este tema muestra que la industria aún está lejos de cumplir los requerimientos ocultos de los
20 consumidores para su completa satisfacción.

A este respecto, se hace referencia a la solicitud internacional WO 01/062376 A1 de la cual se conocen las micro- o nanocápsulas que pueden cargarse con los compuestos activos más diversos y pueden obtenerse según los métodos más variados. La característica distintiva de estas cápsulas consiste en que son modificadas químicamente de tal manera
25 que tienen cargas positivas en la superficie que deben acelerar el levantamiento de fibras o pelos. El objeto de la WO 01/01927 A1 son microcápsulas que surgen mediante coacervación de quitosana y polímeros aniónicos y presentan en su interior una matriz de gelificantes y compuestos activos.

Por parte del consumidor se exige sin embargo no solo el retiro inmaculado de mugre, también espera adicional-
30 mente que sus textiles se protejan frente a un nuevo ensuciamiento. De hecho existe "soil repellants" (repelentes de mugre) de ese tipo y se ofrecen en el mercado por parte de los más diversos productores. Aquellos incluyen conjuntamente polímeros que tienen esencialmente grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de polietilenglicol. Sin embargo, una desventaja de tales polímeros es que no pueden formularse a discreción. Particularmente, en el evento de un almacenamiento prolongado y por influencia de la temperatura tiene a ocurrir una tendencia a la separación, y
35 -en el caso más favorable- puede dar lugar a que las preparaciones se vuelvan turbias. Tales productos deben agitarse vigorosamente y re-mezclarse antes de usarse lo cual se recompensa en rara ocasión por parte del consumidor con un interés de comprarlos. Las formulaciones transparentes en particular, que mantengan permanentemente su apariencia no pueden producirse o pueden producirse de esta manera muy limitada.

La tarea de la presente invención ha consistido por lo tanto en suministrar nuevas preparaciones que contienen agua
40 con las cuales pueden acabarse o acondicionarse los textiles de tal manera que se prevenga el nuevo ensuciamiento o al menos que sea más difícil (efecto "soil repellent" o repelente de mugre), sin que surja ninguna de las desventajas del estado de la técnica. Más particularmente, los componentes activos se incorporarían más fácilmente y las preparaciones acuosas serían estables durante el almacenamiento. Otro aspecto consistió en introducir tales sustancias activas que
45 tengan efectos positivos adicionales con respecto al acabado de los textiles.

Descripción de la invención

Objeto de la invención son composiciones acuosas como, por ejemplo, agentes suavizantes de ropa lavada, con
50 compuestos activos encapsulados, los cuales se caracterizan porque las sustancias de los compuestos activos previenen que los textiles se ensucien nuevamente o al menos lo hacen más difícil, y las envolturas están compuestas totalmente o preponderantemente de quitosana.

El problema de la capacidad deficiente de formular deficiente y la mala estabilidad durante el almacenamiento se
55 ha resuelto incorporando los componentes activos conocidos en forma microencapsulada a las preparaciones según la invención. De esta manera pueden producirse composiciones transparentes y estables por un espacio de tiempo largo. Las microcápsulas contienen además sustancias colorantes de manera adicional; es posible obtener por ejemplo preparaciones transparentes que contienen los compuestos activos en forma de estructuras esféricas claramente visibles, por ejemplo, coloreadas de azul o rojo, lo cual puede ser deseable por razones estéticas debido a que es una indicación
60 visual directa al consumidor sobre la presencia de de los componentes activos. Los componentes activos microencapsulados se absorben sobre las fibras; las cápsulas se rompen gradualmente de forma mecánica y luego liberan el componente activo en porciones. Una forma preferida de realización se caracteriza por el uso de componentes activos microencapsulados donde la membrana consiste enteramente o al menos de manera preponderante de quitosana. La quitosana tiende también a absorberse sobre las fibras. Puesto que la quitosana tiene propiedades de cuidado y
65 propiedades antibacteriales, el beneficio deseado adicional se logra a mediante el uso de microcápsulas de quitosana.

Compuestos activos

Repelentes adecuados de mugre (“soil repellants”) son sustancias que contienen preferiblemente grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de glicol polietilénico, y la proporción molar entre el tereftalato de etileno y el tereftalato de glicol polietilénico puede encontrarse en el intervalo entre 50 : 50 hasta 90 : 10. El peso molecular de las unidades enlazantes de glicol polietilénico se encuentra particularmente en el intervalo de 750 hasta 5000, es decir, el grado de etoxilación de los polímeros que contienen grupos de glicol polietilénico puede alcanzar alrededor de 15 hasta 100. Los polímeros se caracterizan porque tienen un peso molecular promedio de alrededor de 5000 hasta 200.000 y pueden tener una estructura de bloque, preferiblemente aleatoria. Los polímeros preferidos son aquellos con relaciones molares tereftalato de etileno/ tereftalato de glicol polietilénico de cerca de 65 : 35 hasta cerca de 90 : 10, preferiblemente desde cerca de 70 : 30 hasta 80 : 20. Además, se prefieren aquellos polímeros que tienen unidades enlazantes de glicol polietilénico con un peso molecular de 750 hasta 5000, preferiblemente de 1000 hasta cerca de 3000 y un peso molecular de polímeros desde cerca 10.000 hasta cerca de 50.000. Ejemplos de polímeros usuales en el comercio son los productos Milease® T (ICI) o Repelotex® SRP 3 (Rhône-Poulenc).

Microcápsulas

Por parte del técnico en la materia, se entiende por “microcápsulas” los agregados esféricos con un diámetro en el intervalo desde cerca de 0,0001 hasta cerca de 5 mm, que contienen al menos un núcleo sólido o líquido el cual se envuelve al menos con una envoltura continua. Dicho de manera más exacta, se trata de fases sólidas o líquidas finamente dispersas envueltas en polímeros formadores de película, en cuya preparación los polímeros se depositan sobre el material a encapsularse después de emulsificación y coacervación o polimerización interfacial. En otro proceso, se absorben ceras fundidas en una matriz (“microsponge” o “microesponja”) que en calidad de micropartículas puede recubrirse adicionalmente con polímeros formadores de película. Las pequeñas cápsulas microscópicamente pequeñas, también llamadas nanocápsulas, pueden secarse de la misma manera que el polvo. Además de microcápsulas de núcleo único, hay también agregados de núcleo múltiple, también conocidos como microesferas, que contienen dos o más núcleos distribuidos en el material de membrana continua. Adicionalmente, las cápsulas de núcleo único o de núcleo múltiple pueden rodearse por una membrana segunda, tercera, etc. adicional. La membrana puede consistir de materiales naturales, semi-sintéticos o sintéticos. Los materiales naturales de membrana son, por ejemplo, goma arábiga, agar agar, azarosa, maltodextrinas, ácido algínico y sales del mismo, por ejemplo alginato de sodio o de calcio, grasas y ácidos grasos, alcohol cetílico, colágeno, quitosana, lecitinas, gelatina, albúmina, goma laca, polisacáridos tales como almidón o dextrano, polipéptidos, hidrolizados de proteína, sacarosa y ceras. Los materiales semisintéticos de membrana son, entre otros, celulosa modificadas químicamente, más particularmente ésteres y éteres de celulosa como, por ejemplo, acetato de celulosa, celulosa de etilo, celulosa de hidroxipropilo, celulosa de metilo hidroxipropilo y celulosa de carboximetilo, y derivados de almidón, más particularmente ésteres y éteres de almidón. Materiales sintéticos de envoltura son, por ejemplo, polímeros, tales como poliácridatos, poliamidas, alcohol polivinílico o pirrolidona de polivinilo.

Ejemplos de microcápsulas del estado de la técnica son los siguientes productos comerciales (el material de membrana se indica en paréntesis): microcápsulas Hallcrest (gelatina, goma arábiga), Coletica Thalaspheeres (colágeno marítimo), Lipotec Millicapseln (ácido algínico, agar-agar), Induchem Unispheeres (lactosa, celulosa microcristalina, hidroxipropilmetilcelulosa); Unicerin C30 (lactosa, celulosa microcristalina, hidroxipropilmetilcelulosa), Kobo Glicospheeres (almidón modificado, ésteres de ácido graso, fosfolípidos), Softspheeres (agar-agar modificado) y Kuhs Probiol Nanospheeres (fosfolípidos) así como Primaspheeres y Primaspheeres (quitosana, alginatos) y Primasys (fosfolípidos).

Como ya se explicó, una ventaja adicional de usar componentes activos microencapsulados consiste en que su membrana se forma al menos parcialmente de quitosana. Microcápsulas de quitosana y un método para su preparación son objeto de solicitudes anteriores de patente de la solicitante [WO 01/01926, WO 01/01927, WO 01/01928, WO01/01929]. Pueden obtenerse microcápsulas con diámetros promedio de 0,0001 hasta 5, preferiblemente 0,001 hasta 0,5 y particularmente 0,005 hasta 0,1 mm que consisten de una membrana y una matriz que contiene los compuestos activos, por ejemplo:

(a1) preparando una matriz de formadores de gel, quitosana y componentes activos,

(a2) dispersando opcionalmente la matriz en una fase de aceite y

(a3) tratando la matriz dispersada con soluciones acuosas de polímeros aniónicos y retirando opcionalmente la fase de aceite en el proceso, o

(b1) preparando una matriz de formadores de gel, polímeros aniónicos y compuestos activos,

(b2) dispersando opcionalmente la matriz en una fase de aceite y

(b3) tratando la matriz dispersa con soluciones acuosas de quitosana y retirando opcionalmente la fase de aceite en el proceso, o

(c1) procesando preparaciones acuosas de compuesto activo con componentes oleaginosos en presencia de emulsificantes para formar emulsiones aceite en agua,

(c2) tratando las emulsiones obtenidas de esa manera con soluciones acuosas de polímeros aniónicos,

(c3) poniendo en contacto la matriz obtenida de esa manera con soluciones acuosas de quitosana y (c4) retirar los productos encapsulados obtenidos así de la fase acuosa.

5

• Formadores de gel

En el sentido de la invención los formadores preferidos de gel son sustancias capaces de formar gel en solución acuosa a temperaturas por encima de 40°C. Ejemplos típicos de tales formadores de gel son heteropolisacáridos y proteínas. En calidad de heteropolisacáridos de formación térmica de gel son agarosas que pueden estar presentes en la forma de agar agar que puede obtenerse a partir de algas rojas, incluso junto con hasta 30% en peso de agarpectinas que no forman gel. El constituyente principal de las agarosas son polisacáridos lineales de D-galactosa y 3,6-anhidro-L-galactosa, que alternan enlaces β -1,3- y β -1,4-glicosídicos. Los heteropolisacáridos poseen preferentemente un peso molecular en el intervalo de 110.000 hasta 160.000 y son incoloros e insípidos. Como alternativa se consideran pectinas, xantanos (incluyendo goma xantano) y mezclas de los mismos. Otros tipos preferidos son aquellos que en una solución acuosa al 1% aún forman geles que no se funden por debajo de 80°C y se solidifican de nuevo por encima de 40°C. Ejemplos del grupo de proteínas formadores de gel térmicamente son las diversas gelatinas.

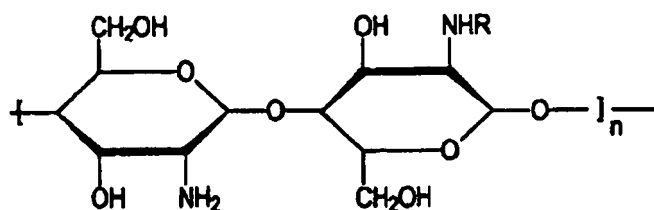
15

• Quitosanas

20

Las quitosanas son biopolímeros y se cuentan entre el grupo de los hidrocoloides. Químicamente, son quitinas parcialmente deacetiladas que difieren en sus pesos moleculares que contienen la siguiente unidad monomérica (idealizada):

25



30

35

40

45

En contraste con la mayoría de coloides, que se cargan negativamente en valores pH biológicamente negativos, las quitosanas son biopolímeros catiónicos en estas condiciones. Las quitosanas cargadas positivamente pueden interactuar con superficies cargadas opuestamente y se usan por lo tanto en productos cosméticos para el cuidado del pelo y el cuerpo y preparaciones farmacéuticas. Las quitosanas se producen a partir de quitina, preferiblemente a partir de los residuos de conchas de crustáceos disponibles en grandes cantidades como materia prima que no es costosa. En un proceso descrito por primera vez por Hackmann *et al.*, la quitina se desproteíniza normalmente primero mediante adición de bases, se desmineraliza mediante adición de ácidos minerales y, finalmente, se desacetiliza mediante adición de bases fuertes, y los pesos moleculares se distribuyen en un amplio espectro. Los tipos preferidos son aquellos que tienen un peso molecular promedio de 10.000 hasta 500.000 o bien 800.000 hasta 1.200.000 Dalton y/o una viscosidad Brookfield (al 1% en peso en ácido glicólico) por debajo de 5000 mPas, un grado de desacetilación de 80 hasta 88% y un contenido de ceniza de menos de 0,3% en peso. En interés de una mejor solubilidad en agua, las quitosanas se usan generalmente en forma de sus sales, preferiblemente de glicolatos.

• Fase de aceite

50

55

60

65

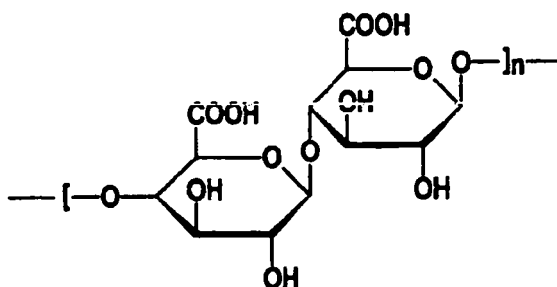
La matriz puede dispersarse opcionalmente en una fase de aceite antes de la formación de la membrana. Los aceites adecuados para este propósito son, por ejemplo, alcoholes de Guerbet a base de alcoholes grasos que contienen 6 hasta 18 y preferiblemente 8 hasta 10 átomos de carbono, ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₂₂ con alcoholes grasos lineales de C₆-C₂₂, ésteres de ácidos carboxílicos ramificados de C₆-C₁₃ con alcoholes grasos lineales de C₆-C₂₂, como por ejemplo miristato de miristilo, palmitato de miristilo, estearato de miristilo, oleato de miristilo, behenato de miristilo, erucato de miristilo, miristato de cetilo, palmitato de cetilo, estearato de cetilo, isoestearato de cetilo, oleato de cetilo, behenato de cetilo, erucato de cetilo, miristato de estearilo, palmitato de estearilo, estearato de estearilo, isoestearato de estearato, oleato de estearilo, behenato de estearilo, erucato de estearilo, miristato de isoestearilo, palmitato de isoestearilo, estearato de isoestearilo, oleato de isoestearilo, oleato de isoestearilo, miristato de oleilo, palmitato de oleilo, estearato de oleilo, isoestearato de oleilo, oleato de oleilo, behenato de oleilo, erucato de oleilo, behenato de oleilo, erucato de oleilo, miristato de behenilo, palmitato de behenilo, estearato de behenilo, isoestearato de behenilo, oleato de behenilo, behenato de behenilo, erucato de behenilo, miristato de erucilo, palmitato de erucilo, estearato de erucilo, isoestearato de erucilo, oleato de erucilo, behenato de erucilo y erucato de erucilo. Además, son adecuado ésteres de ácidos grasos lineales de C₆-C₂₂ con alcoholes ramificados, particularmente 2-etilhexanol, ésteres de ácidos hidroxycarboxílicos con alcoholes grasos lineales o ramificados de C₆-C₂₂, particularmente malato de dioctilo, ésteres de ácidos grasos lineales y/o ramificados con alcoholes multihídricos o multivalentes (como, por ejemplo, glicol propilénico, dimerdiol o trimetriol) y/o alcoholes de Guerbet, triglicéridos a base de ácidos grasos de ácidos grasos de C₆-C₁₀-, mezclas de mono, di o triglicéridos a base de ácidos grasos de C₆-C₁₈-, ésteres de alco-

ES 2 287 367 T3

holes grasos de C₆-C₂₂-y/o alcoholes de Guerbet con ácidos carboxílicos aromáticos, particularmente ácido benzoico, ésteres de ácidos dicarboxílicos de C₂-C₁₂-con alcoholes lineales o ramificados con 1 hasta 22 átomos de carbono o polioles con 2 hasta 10 átomos de carbono y 2 hasta 6 grupos hidroxilo, aceites vegetales, alcoholes primarios ramificados, ciclohexenos sustituidos, carbonatos de alcohol graso ramificados de C₆-C₂₂, carbonatos de Guerbet, ésteres del ácido benzoico con alcoholes lineales y/o ramificados de C₆-C₂₂ (por ejemplo, Finsolv[®] TN), éteres dialquílicos lineales o ramificados, simétricos o asimétricos con 6 hasta 22 átomos de carbono por grupo alquilo, productos de la apertura de anillo de ésteres epoxídicos de ácido graso con polioles, aceites de silicona y/o hidrocarburos alifáticos o nafténicos como, por ejemplo, escualano, escualeno o dialquilociclohexano.

10 • *Polímeros aniónicos*

Los polímeros aniónicos tienen la función de formar membranas con las quitosanas. Para este propósito son adecuadas preferiblemente las sales de ácido algínico. El ácido algínico es una mezcla de polisacáridos que contienen carboxilo con la siguiente unidad monomérica idealizada:



El peso molecular promedio de los ácidos algínicos o de los alginatos se encuentra en el intervalo de 150.000 hasta 250.000. Se debe entender en tal caso como sales de ácido algínico y los productos de la neutralización completa y parcial del mismo a las sales de metal alcalino, preferiblemente alginato de sodio ("Algin") así como las sales de amonio y metal alcalino térreo. Se prefieren particularmente alginatos mezclados, por ejemplo alginatos de sodio /magnesio o sodio /calcio. En una realización alternativa de la invención, los derivados aniónicos de quitosana, por ejemplo los productos de carboxilización y sobre todo de succinización, son también adecuados para este propósito, sin embargo. Alternativamente, pueden también usarse los poli(met)acrilatos con pesos moleculares promedio de 5.000 hasta 50.000 Dalton y las diversas celulosas de carboximetilo. En lugar de los polímeros aniónicos para la formación de las membranas de revestimiento también pueden usarse tensioactivos o surfactantes aniónicos o sales inorgánicas de bajo peso molecular como, por ejemplo, los pirofosfatos.

40 • *Emulgentes*

En calidad de emulgentes se toman en consideración, por ejemplo, los surfactantes no ionogénicos de al menos uno de los siguientes grupos:

• productos de adición de 2 hasta 30 moles de óxido etilénico y/o 0 hasta 5 moles de óxido de propileno a alcoholes grasos lineales con 8 hasta 22 átomos de carbono, a ácidos grasos con 12 hasta 22 átomos de carbono, a alquifenoles con 8 hasta 15 átomos de carbono en el grupo alquilo y alquilaminas con 8 hasta 22 átomos de carbono en el grupo alquilo;

• Alquilo- y/o alquenciligoglicosidos con 8 hasta 22 átomos de carbono en el grupo alqu(en)ilo y sus análogos etoxilados;

• Productos de adición de 1 hasta 15 moles de óxido etilénico a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;

• Productos de adición de 15 hasta 60 moles de óxido etilénico a aceite de ricinico y/o aceite de ricino endurecido;

• Ésteres parciales de glicerina y/o sorbitano con ácidos grasos insaturados, lineales o saturados, ramificados con 12 hasta 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 hasta 18 átomos de carbono así como sus aductos con 1 hasta 30 moles de óxido de etileno;

• Ésteres parciales de poliglicerina (grado de condensación propio promedio de 2 hasta 8), glicol polietilénico (peso molecular de 400 hasta 5000), trimetilolpropano, pentaeritrilo, alcoholes de azúcar (sorbit, por ejemplo), glucósidos de alquilo (como, por ejemplo, glucósido de metilo, glucósido de butilo, glucósido de laurilo) así como poliglucósidos (celulosa, por ejemplo) con ácidos grasos saturados e/o insaturados, lineales o ramificados con 12 hasta 22 átomos de carbono y/o ácidos hidroxicarboxílicos con 3 hasta 18 átomos de carbono así como sus aductos con 1 hasta 30 moles de óxido de etileno;

ES 2 287 367 T3

• Ésteres mezclados de pentaeritrito, ácidos grasos, ácido cítrico y alcohol graso y/o ésteres mezclados de ácidos grasos con 6 hasta 22 átomos de carbono, metilglucosa y polioles, preferiblemente glicerina o poliglicerina.

- Mono-, di- y trialkilfosfatos así como mono-, di- y/o tri-PEGalkilfosfatos y sus sales;
- Alcoholes de cera de lana;
- Copolímeros de polisiloxano-polialquilo-poliéter o sus derivados;
- Copolímeros de bloque como, por ejemplo, polietilenglicol-30 dipolihidroxiestearato;
- Emulsificantes poliméricos como, por ejemplo, del tipo Pemulen-Typen (TR-1,TR-2) de Goodrich;
- Glicoles polialquilénicos y
- Carbonato de glicerina.

Para la preparación de las microcápsulas se produce una solución acuosa usualmente de 1 hasta 10, preferiblemente 2 hasta 5% en peso del formador de gel, preferiblemente de agar-agar y se calienta esta bajo reflujo. A la temperatura de ebullición, preferiblemente a 80 hasta 100°C, se adiciona una segunda solución acuosa que contiene la quitosana en cantidades de 0,1 hasta 2, preferiblemente 0,25 hasta 0,5% en peso y el compuesto activo en cantidades desde 0,1 hasta 25 y particularmente 0,25 hasta 10% en peso; esta mezcla se denomina matriz. La carga de las microcápsulas con compuestos activos puede ser por lo tanto también de 0,1 hasta 25% en peso, con respecto al peso de la cápsula. Si se desea en este momento pueden adicionarse también componentes insolubles en agua para ajuste de viscosidad, pigmentos inorgánicos, a manera de ejemplo, adicionando éstos por lo general en forma de dispersiones acuosas o agua/alcohol. Para la emulsión o dispersión de los compuestos activos puede ser de utilidad adicionar emulsificantes o solubilizantes a la matriz. Después de la preparación de la matriz a partir de formadores de gel, quitosana y compuestos activos, la matriz puede dispersarse muy finamente en una fase de aceite bajo fuerte cizallamiento para producir partículas lo más pequeñas posibles en el subsiguiente proceso de encapsulamiento. Se ha demostrado que es particularmente ventajoso a este respecto calentar la matriz a temperaturas en el rango desde 40 hasta 60°C mientras que la fase aceite se enfría hasta 10 a 20°C. El encapsulamiento propiamente dicho, es decir, la formación de la membrana poniendo en contacto la quitosana en la matriz con los polímeros aniónicos tiene lugar en el último paso que resulta nuevamente obligatorio. Con este fin, es aconsejable lavar la matriz opcionalmente dispersada en la fase aceitosa con una solución acuosa de aproximadamente 1 hasta 50 y preferiblemente 10 hasta 15% en peso del polímero aniónico y, si es necesario, retirar la fase aceitosa ya sea al mismo tiempo o después. Las preparaciones acuosas resultantes tienen generalmente un contenido de microcápsula de 1 hasta 10% en peso. En algunos casos puede ser de utilidad que la solución de polímeros contenga otros ingredientes como, por ejemplo emulsificantes o preservantes. Después de la filtración se obtienen microcápsulas con un diámetro promedio de preferiblemente alrededor de 1 mm. Es aconsejable tamizar las cápsulas para asegurar una distribución uniforme de tamaño. Las microcápsulas obtenidas de esa manera pueden tener cualquier forma dentro del contexto de las condiciones de producción pero son de manera preferible sustancialmente esféricas. De manera alternativa, los polímeros aniónicos pueden usarse también para la preparación de la matriz y el encapsulamiento puede realizarse con las quitosanas.

Un proceso alternativo para la producción de las microcápsulas según la invención comprende inicialmente preparar una emulsión aceite / agua que, además del componente de aceite, agua y los componentes activos, contiene una cantidad efectiva de una solución acuosa polimérica acuosa. Para la producción de la matriz esta preparación se repone con una cantidad correspondiente de una solución acuosa de polímero aniónico agitando fuertemente. La membrana se forma mediante adición de la solución de quitosana. El proceso entero tiene lugar preferiblemente a un pH suavemente ácido de 3 a 4. Si es necesario se ajusta el pH mediante adición de ácido mineral. Después de la formación de la membrana se incrementa el pH hasta un valor de 5 a 6, por ejemplo mediante adición de trietanolamina o alguna otra base. Esto da lugar a un aumento en la viscosidad que puede soportarse mediante adición de otros espesantes tales como, por ejemplo polisacáridos; más particularmente de goma xantán, guar guar, agar agar, alginatos y tilosas, carboximetilcelulosa e hidroxietil celulosa, mono- y diésteres de glicol polietilénico de peso molecular relativamente alto y de ácidos grasos, poliácridatos, poliácridamidas y similares. Finalmente, las microcápsulas se separan de la fase acuosa, por ejemplo por decantación, filtración o centrifugación.

Preparaciones acuosas

Las preparaciones acuosas contienen normalmente componentes activos microencapsulados en cantidades de 0,1 hasta 10, preferiblemente 1 hasta 8 y más particularmente 2 hasta 5% en peso, con respecto a la preparación. En el caso más simple las preparaciones son soluciones acuosas que contienen solamente las microcápsulas y opcionalmente espesantes adecuados. Este es el caso de preparaciones de post-tratamiento de la ropa lavada, por ejemplo. En otros casos, es decir los suavizantes de telas o los detergentes líquidos, las preparaciones también pueden contener, sobre todo, surfactantes aniónicos, no iónicos, catiónicos, anfotéricos y/o zwitteriónicos.

ES 2 287 367 T3

Surfactantes aniónicos

Ejemplos típicos de surfactantes aniónicos son sulfonatos de alquilbenceno, sulfonatos de alcano, sulfonatos de olefina, sulfonatos de éter de alquilo, sulfonatos de éter de glicerina, sulfonato de éster de α -metilo, sulfato de alquilo, sulfatos de éter de alcohol graso, sulfatos de éter de glicerina, sulfatos de hidroxi éteres mezclados, sulfatos de (éter)monoglicérido, sulfatos de amida(éter) de ácido graso, mono- y dialquilsulfosuccinatos, mono- y dialquilsulfosuccinatos, sulfotriglicéridos, jabones de amida, ácidos etercarboxílicos y sus sales, isetonatos de ácido graso, sarcosinatos de ácido graso, tauridas de ácido graso, N-acilaminoácidos como, por ejemplo, aciloactilatos, acilotartratos, aciloglutamatos y aciloaspartatos, alquilo oligoglucosidosulfatos, condensados de ácido graso proteína (particularmente productos vegetales a base de trigo) y alquil(éter)fosfatos. Si los surfactantes aniónicos contienen cadenas de éter poliglicólico, éstas pueden tener una distribución homóloga convencional aunque preferiblemente tienen una distribución homóloga estrecha. Se usan preferiblemente los alquilo benceno sulfonatos, sulfatos de alquilo, jabones, sulfonatos de alcano, sulfonatos de olefina, metilo éster sulfonatos y mezclas de los mismos.

• Alquilo benceno sulfonatos

Los alquilo benceno sulfonatos preferidos corresponden a la fórmula (I),



En la cual R^1 representa un grupo alquilo ramificado pero preferiblemente lineal que contiene 10 a 18 átomos de carbono, Ph es un grupo fenilo y X es un metal alcalino y/o metal alcalino térreo, amonio, alquiloamónio, alcanolamónio o glucamónio. Particularmente, de estos alquilo benceno sulfonatos son adecuados dodecil-benceno sulfonato, tetradecilbencenosulfonato, hexadecilbencenosulfonato, así como sus mezclas técnicas en forma de sal de sodio.

Sulfatos de alquilo y/o alqueno

Por sulfatos de alquilo y/o alqueno, que también se denomina como sulfatos de alcohol graso, se entienden los productos de sulfatación de alcoholes primarios y/o secundarios que corresponden preferiblemente a la fórmula (II)



en la cual R^2 es un grupo alquilo alifático y/o alqueno que contiene 6 a 22 y preferiblemente 12 hasta 18 átomos de carbono y X representa un metal alcalino y/o alcalinotérreo, amonio, alquiloamónio, alcanolamónio o glucamónio. Ejemplos típicos de sulfatos de alquilo que en el sentido de la invención pueden hallar aplicación son los productos de sulfatación de alcohol caproico, alcohol caprílico, alcohol cáprico, alcohol 2-etilhexílico, alcohol láurico, alcohol mirístico, alcohol cetílico, alcohol palmítico, alcohol esteárico, alcohol isoesteárico, alcohol oleico, alcohol elaidico, alcohol petroselinico, alcohol aráquico, alcohol galodeico, alcohol behénico y alcohol erúxico y las mezclas técnicas de los mismos obtenidas mediante hidrogenación a alta presión de fracciones técnicas de éster metílico o aldehídos de oxosíntesis de Roelen. Los productos de sulfatación pueden usarse ventajosamente en forma de sus sales de metal alcalino, más especialmente sus sales de sodio. Se prefieren particularmente sulfatos de alquilo a base de alcoholes grasos de sebo de C16/18 o alcoholes grasos vegetales con una distribución comparable de cadena de C en la forma de sus sales de sodio. En el caso de alcoholes ramificados primarios, éstos son oxoalcoholes que son obtenibles, por ejemplo haciendo reaccionar monóxido de carbono e hidrógeno o α -olefinas mediante el proceso de Shop. Las mezclas de alcohol correspondientes están disponibles comercialmente bajo las marcas comerciales Dobanol[®] o Neodol[®]. Las mezclas adecuadas de alcohol son Dobanol 91[®], 23[®], 25[®], 45[®]. Otra posibilidad son oxoalcoholes obtenidos mediante el oxo proceso estándar de Enichema o de Condea en el cual se adicionan monóxido de carbono e hidrógeno a las olefinas. Estas mezclas de alcohol son una mezcla de alcoholes altamente ramificadas y están comercialmente disponibles bajo el nombre de Lial[®]. Mezclas adecuadas de alcohol son Lial 91[®], 111[®], 123[®], 125[®], 145[®].

• Jabones

Por jabones se entienden sales de ácidos grasos que corresponden a la fórmula (III);



en la cual R^3CO es un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que contiene 6 hasta 22 y preferiblemente 12 hasta 18 átomos de carbono y X es un metal alcalino y/o alcalino térreo, amonio, alquiloamónio o alcanolamónio. Ejemplos típicos son las sales de sodio, potasio, magnesio, amonio y trietanol amonio de ácido caproico, ácido caprílico, ácido 2-etilhexanoico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido isotridecanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido

ES 2 287 367 T3

palmitoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido petrosélico, ácido linoléico, ácido linoléico, ácido elaeosteárico, ácido aráquico, ácido gadoleico, ácido behénico y ácido erúico y mezclas técnicas de los mismos. Se usa preferiblemente ácido graso de aceite de coco o ácido graso de aceite de palmiste en la forma de sus sales de sodio o potasio.

5

Surfactante no iónico

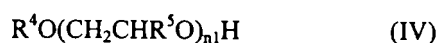
Ejemplos típicos de surfactantes no iónicos son éteres poliglicólicos de alcohol graso, éteres poliglicólicos de alquilfenol, ésteres poliglicólicos de ácido graso, éteres poliglicólicos de amida de ácido graso, éteres poliglicólicos de amina grasa, triglicéridos alcoxilados, éteres mezclados y formales, oligoglicósidos de alqu(en)ilo, N-alquilo glucamidas de ácido graso, hidrolizados de proteína (más particularmente productos vegetales a base de trigo), ésteres de ácido graso y poliol, ésteres de azúcar, ésteres de sorbitan, polisorbatos y óxidos de amina. Si los surfactantes no iónicos contienen cadenas de éter poliglicólico, éstas pueden tener una distribución homóloga convencional, aunque preferiblemente tienen una distribución homóloga estrecha. Preferiblemente se usan éteres de poliglicol y alcohol graso, ésteres alcoxilados de alquilo inferior de ácido graso u oligoglicósidos de alquilo.

15

• *Éteres de poliglicol de alcohol graso*

Los éteres de poliglicol de alcohol graso preferidos corresponden a la fórmula (IV):

20



25

en la cual R^4 es un grupo alquilo y/o alqueno lineal o ramificado que contiene 6 hasta 22 y preferiblemente 12 hasta 18 átomos de carbono, R^5 es hidrógeno o metilo y $n1$ es un número de 1 hasta 20. Ejemplos típicos son productos de la adición de 1 hasta 20, y preferiblemente 5 hasta 10 moles, en promedio, de óxido etilénico y/o propilénico a alcohol caproico, alcohol caprílico, alcohol 2-etilhexílico, alcohol cáprico, alcohol láurico, alcohol isotridecílico, alcohol mirístico alcohol cetílico, alcohol palmitoleico, alcohol esteárico, alcohol isoesteárico, alcohol oleico, alcohol láurico, alcohol petrosélico, alcohol linólico, alcohol linoléico, alcohol elaeosteárico, alcohol aráquico, alcohol gadoleico, alcohol behénico, alcohol erúico y alcohol brasídico y mezclas técnicas de los mismos. Particularmente se prefieren productos de la adición de 3, 5 ó 7 moles de óxido de etileno a alcoholes técnicos grasos de coco.

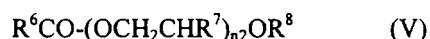
30

35

• *Ésteres alcoxilados de ácido graso*

Ésteres alcoxilados adecuados de alquilo inferior y ácido graso son surfactantes que corresponden a la fórmula (V),

40



45

en la cual R^6CO es un grupo acilo lineal o ramificado, saturado y/o insaturado que contiene 6 a 22 átomos de carbono, R^7 es hidrógeno o metilo, R^8 es un grupo alquilo lineal o ramificado que contiene 1 hasta 4 átomos de carbono y $n2$ es un número de 1 a 20. Ejemplos típicos son los productos formales de inserción de 1 hasta 20 y preferiblemente 5 hasta 10 moles, en promedio, de óxido de etileno y/o propileno a los ésteres metílico, etílico, propílico, isopropílico, butílico y terc. butílico de ácido caproico, ácido caprílico, ácido 2-etilhexanoico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido isotridecanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmitoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido petrosélico, ácido linoleico, ácido linoléico, ácido elaeosteárico, ácido aráquico, ácido gadoleico, ácido behénico y ácido erúico y mezclas técnicas de los mismos. Los productos se preparan normalmente mediante inserción de los óxidos de alqueno al enlace de éster de carbonilo en presencia de catalizadores especiales como, por ejemplo, hidrotalcita calcinada. Se prefieren particularmente los productos de reacción de 5 hasta 10 moles, en promedio, de óxido de etileno hacia el enlace de éster de los ésteres metílicos técnicos de ácido graso de coco.

50

55

• *Alquilo- y/o alqueno-oligoglicósidos*

Los alquilo- y alqueno-oligoglicósidos que también son surfactantes no iónicos preferidos, corresponden normalmente a la fórmula (VI),

60



65

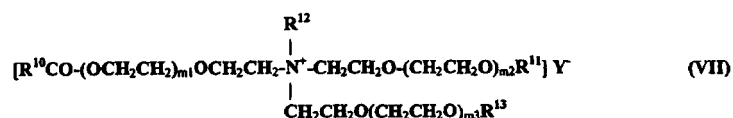
en la cual R^9 es un grupo alquilo y/o alqueno que contiene 4 hasta 22 átomos de carbono, G es una unidad de azúcar que contiene 5 ó 6 átomos de carbono y p es un número de 1 hasta 10. Pueden obtenerse mediante métodos relevantes

ES 2 287 367 T3

de la química orgánica preparativa. Los oligoglicósidos de alquilo y/o alquenilo pueden derivarse de aldosas o cetosas que contiene 5 ó 6 átomos de carbono, preferiblemente glucosa. Por lo tanto, los oligoglicósidos preferidos de alquilo y/o alquenilo son oligoglucósidos de alquilo y/o alquenilo. El índice p en la fórmula general (VI) indica el grado de oligomerización (DP), es decir, la distribución de mono- y oligoglicósidos, y es un número de 1 hasta 10. Mientras que p es un compuesto dado debe ser siempre un entero y, sobre todo, puede asumir un valor de 1 hasta 6, el valor p para un cierto oligoglicósido de alquilo es una cantidad determinada analíticamente calculada que generalmente es un número fraccionario. Se usan preferiblemente oligoglicósidos de alquilo y/o alquenilo que tienen un grado promedio de oligomerización p de 1,1 hasta 3,0. Desde un punto de vista de aplicación se prefieren oligoglicósidos de alquilo y/o alquenilo que tienen un grado de oligomerización de menos de 1,7 y, más particularmente, entre 1,2 y 1,4. El radical de alquilo o alquenilo R₉ puede derivarse de los alcoholes primarios que contienen 4 hasta 11 y preferiblemente 8 hasta 10 átomos de carbono. Ejemplos típicos son butanol, alcohol capríco, alcohol caprílico, alcohol cáprico y alcohol undecílico y las mezclas técnicas de los mismos obtenidos, por ejemplo, en la hidrogenación de ésteres técnicos metílicos de ácido graso o en la hidrogenación de aldehídos a partir de la oxosíntesis de Roelen. Se prefieren oligoglucósidos de alquilo que tienen una longitud de cadena de C8 hasta C10 (DP=1 hasta 3), que se obtienen como las primeras corridas en la separación de alcohol técnico graso de aceite de coco (C₈₋₁₈) mediante destilación y que puede contener menos de 6% en peso de alcohol de C12 como una impureza, y también oligoglucósidos de alquilo a base de oxoalcoholes técnicos de C_{9/11}; se prefieren oxoalcoholes (DP=1 hasta 3). Adicionalmente, el radical alquilo o alquenilo R₉ puede derivarse también de alcoholes primarios que contienen 12 hasta 22 y preferiblemente 12 hasta 14 átomos de carbono. Ejemplos típicos son alcohol láurico, alcohol mirístico alcohol cetílico, alcohol palmitoleico, alcohol esteárico, alcohol isoesteárico, alcohol oleico, alcohol elaidico, alcohol petroselico, alcohol aráquico, alcohol gadoleico, alcohol behénico, alcohol erúxico, alcohol brassídico y mezclas técnicas de los mismos que pueden obtenerse tal como se describe arriba. Se prefieren oligoglucósidos de alquilo a base de alcohol de coco C_{12/14} hidrogenado con un DP de 1 hasta 3.

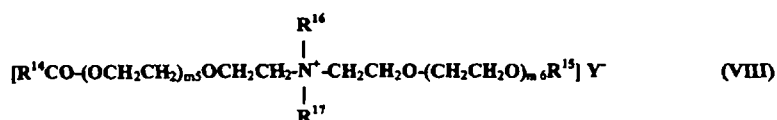
25 *Surfactantes catiónicos*

Ejemplos típicos de surfactantes catiónicos son, en particular, compuestos de tetraalquilamonio tales como, por ejemplo cloruro de dimetilo diestearilo amonio o cloruro de hidroxietilo hidroxicetilo dimonio (Dehyquart E) y esterquats. Los esterquats son constituyentes típicos de los suavizantes de telas. Ejemplos de esterquats son sales cuaternizadas de éster de trietanolamina de ácido graso que corresponden a la fórmula (VII),



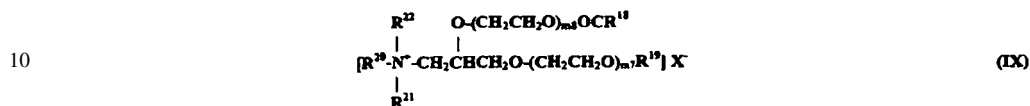
en la cual R¹⁰CO es un grupo acilo que contiene 6 hasta 22 átomos de carbono, R¹¹ y R¹² independientemente uno de otro representan hidrógeno o tienen el mismo significado que R¹⁰CO, R¹¹ es un grupo alquilo que contiene 1 hasta 4 átomos de carbono o un grupo (CH₂CH₂O)_{m₄}H, m₁, m₂ y m₃ juntos suman 0 o números de 1 hasta 12, m₄ es un número de 1 hasta 12 e Y es un haluro, sulfato de alquilo o fosfato de alquilo. Ejemplos típicos de esterquats que pueden usarse de acuerdo con la invención son productos a base de ácido capríco, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico ácido mirístico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido elaidico, ácido aráquico, ácido behénico y ácido erúxico y mezclas técnicas de los mismos obtenidos, por ejemplo, en la hidrólisis a presión de grasas y aceites naturales. Se usan preferiblemente ácidos técnicos grasos de coco C_{12/18} y, en particular, los ácidos grasos de sebo o aceite de palma C_{16/18} parcialmente endurecidos y fragmentos de ácidos grasos C_{16/18} ricos en ácido elaidico. Para la preparación de ésteres cuaternizados, los ácidos grasos y la trietanolamina pueden usarse en una proporción molar de 1,1: 1hasta 3:1. Teniendo en cuenta las propiedades de desempeño de los esterquats, es particularmente ventajosa una proporción de 1,2:1 hasta 2,2:1 y preferiblemente 1,5:1 hasta 1,0:1. Los esterquats preferidos son mezclas técnicas de mono-, di- y triésteres con un grado de esterificación promedio de 1,5 hasta 1,9 y se derivan del ácido de sebo o palma técnico C_{16/18} (número de yodo 0 hasta 40). En términos de desempeño, las sales cuaternizadas de éster de trietanolamina de ácido graso que corresponden a la fórmula (VII), en la cual R¹⁰CO es un grupo acilo que contiene 16 hasta 18 átomos de carbono, R¹¹ tienen el mismo significado que R¹⁰OCO, R¹² es hidrógeno, R¹³ es un grupo metilo, m₁, m₂ y m₃ representan 0 e Y representa sulfato de metilo, han demostrado ser particularmente ventajosas.

Otros esterquats adecuados además de las sales cuaternizadas de éster de trietanolamina ácido graso son sales de éster de ácidos grasos con dietanolalquilaminas que corresponden a la fórmula (VIII):

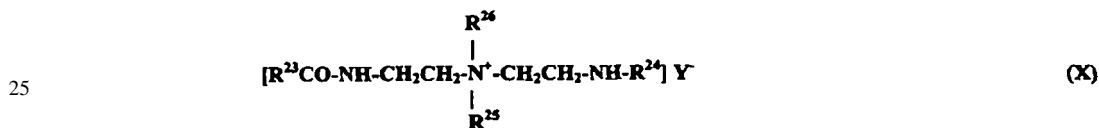


ES 2 287 367 T3

5 en la cual R¹⁴CO es un grupo acilo que contienen 6 hasta 22 átomos de carbono, R¹⁵ es hidrógeno o R¹⁴CO, R¹⁶ y R¹⁷ independientemente unos de otros son grupos alquilo que contienen 1 hasta 4 átomos de carbono, m5 y m6 juntos suman 0 o números desde 1 hasta 12 e Y representa haluro, sulfato de alquilo o fosfato de alquilo. Finalmente, otro grupo de esterquats adecuados son las sales cuaternizadas de éster de ácidos grasos con 1,2-dihidroxipropildialquilaminas de la fórmula (IX),



15 en la cual R¹⁸CO es un grupo acilo que contiene 6 hasta 22 átomos de carbono, R¹⁹ es hidrógeno o tiene el mismo significado que R¹⁸CO, R²⁰, R²¹ y R²² independientemente uno de otro son grupos alquilo que contienen 1 hasta 4 átomos de carbono, m7 y m8 juntos suman 0 o números desde 1 hasta 12 y X de nuevo representa haluro, sulfato de alquilo o fosfato de alquilo. Finalmente, otros esterquats adecuados son sustancias en las que el enlace de éster se reemplaza por un enlace de amida y los cuales, preferiblemente con base en dietilentriamina, corresponden a la fórmula (X),



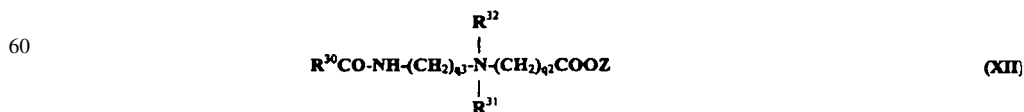
30 en la que R²³CO es un grupo acilo que contiene 6 hasta 22 átomos de carbono, R²⁴ es hidrógeno o R²³CO, R²⁵ y R²⁶ independientemente unos de otros son grupos alquilo que contienen 1 hasta 4 átomos de carbono e Y es nuevamente haluro, sulfato de alquilo o fosfato de alquilo. Los esterquats de amina como estos son obtenibles comercialmente, por ejemplo, bajo la marca Incroquat® (Croda).

Surfactantes anfotéricos o zwitteriónicos

35 Ejemplos de surfactantes anfotéricos o zwitteriónicos adecuados son alquilobetainas, alquilo amidobetainas, aminopropionatos, aminoglicinatos, betaínas de imidazolinio y sulfobetainas. Ejemplos de alquilo betaínas adecuadas son los productos de la carboxilización de aminas secundarias y, en particular, terciarias que corresponden a la fórmula (XI):



50 en la cual R²⁷ representa grupos alquilo y/o alquenoilo con 6 hasta 22 átomos de carbono, R²⁸ representa hidrógeno o grupos alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, R²⁹ representa grupos alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, q1 representa números desde 1 hasta 6 y Z representa un metal alcalino y/o alcalino térreo o amonio. Ejemplos típicos son los productos de carboximetilización de hexilmetilamina, hexildimetilamina, octildimetilamina, decildimetilamina, dodecilmetilamina, dodecildimetilamina, dodeciletimetilamina, alquildimetilamina C_{12/14} de coco, miristildimetilamina, cetildimetilamina, estearildimetilamina, esteariletimetilamina, oleildimetilamina, alquildimetilamina C_{16/18} de sebo así como sus mezclas técnicas. También son adecuados los productos de carboxilización de amidoaminas que corresponden a la fórmula (XII),



65 en la cual R³⁰CO es un grupo acilo alifático que contiene 6 hasta 22 átomos de carbono y 0 ó 1 hasta 3 enlaces dobles, R³¹ es un hidrógeno o grupos alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, R³² representa radicales alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, q2 representa números desde 1 hasta 6, q3 representa números desde 1 hasta 3 y Z representa

ES 2 287 367 T3

de nuevo un metal alcalino y/o alcalino térreo o amonio. Ejemplos típicos son los productos de reacción de ácidos grasos que contienen 6 hasta 22 átomos de carbono, a saber ácido caproico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmitoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleico, ácido eláidico, ácido petrosélico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido elaeostérico, ácido aráquico, ácido gadoleico, ácido behénico y ácido erúxico y mezclas técnicas de los mismos, con N,N-dimetilaminoetilamina, N,N-dimetilaminopropilamina, N,N-dietilaminoetilamina y N,N-dietilaminopropilamina, que se condensan con cloroacetato de sodio. Se usa preferiblemente un producto de condensación de N,N-dimetilaminopropilamida de ácido graso de coco C_{8/18} con cloroacetato de sodio. También pueden usarse imidazolínio betafina. Estos compuestos también son compuestos conocidos que pueden obtenerse, por ejemplo, mediante condensación de generación de ciclo de 1 ó 2 moles de ácido graso con aminas polifuncionales tales como, por ejemplo aminoetiletanolamina (AEEA) o dietilentriamina. Los productos de carboxialquilación correspondientes son mezclas de diferentes betaínas de cadena abierta. Ejemplos típicos son productos de condensación de los ácidos grasos mencionados arriba con AEEA, preferiblemente imidazolininas a base de ácido láurico o, de nuevo, ácido graso de coco C_{12/14} que se betainizan a continuación con cloroacetato de sodio.

15 *Agentes espesantes*

En una modalidad preferida de la invención es deseable proporcionar a las preparaciones una viscosidad tan alta que las microcápsulas permanezcan establemente dispersas, es decir que no se sedimenten con el tiempo. Por consiguiente, la expresión "viscosidad elevada" se entiende que significa una reología que asegure la estabilización de las microcápsulas en la fase acuosa (surfactante). Las viscosidades de este orden (tal como se determinaron con un viscosímetro Brookfield RVT, 20°C, husillo 1, 10 rpm) están normalmente por encima de 100 mPa.s y preferiblemente por encima de 500 mPa.s, más preferiblemente por encima de 200 hasta 2.000 y especialmente 500 hasta 1.000 mPa.s. Agentes espesantes adecuados son cualesquiera sustancias que proporcionen a las formulaciones una viscosidad correspondientemente alta. Sin embargo, los espesantes preferidos son compuestos poliméricos porque son capaces de constituir en las preparaciones acuosas una red tridimensional en la cual se estabilizan las microcápsulas. Ejemplos típicos son los del tipo Aerosol (ácidos de sílice hidrófilos), polisacáridos, particularmente goma xantán, guar-guar, agar-agar, alginatos y tilosas, carboximetilcelulosa e hidroxietil- e hidroxipropilcelulosa, también mono- y diésteres de alto peso molecular de polietilenglicol de ácidos grasos, poliacrilatos (por ejemplo, Carbopole® y del tipo Pemulen de Goodrich; Synthalene® de Sigma; del tipo Keltrol de Kelco; del tipo Sepigel de Seppic; del tipo Salcare de Allied Colloids), poli(acrilamidas, polímeros, alcohol polivinílico y polivinilpirrolidona.

Como particularmente efectivos se han mostrado también la bentonita como, por ejemplo Bentone® Gel VS-5PC (Rheox), el cual es una mezcla de ciclopentasiloxano, hectorita diesteardimonio y propilencarbonato. La porción de estos espesantes en las preparaciones que contienen agua puede ser de entre 0,1 y 5% en peso y es preferiblemente de 0,5 hasta 3 y particularmente 1 hasta 2% en peso.

Aplicabilidad comercial

Otros dos objetos de la presente invención se refieren a impedir que los textiles vuelvan a ensuciarse, acabando las fibras, hilos o materiales planos de textil con compuestos activos microencapsulados seleccionados del grupo consistente de polímeros (repelentes de mugre) que contienen grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de glicol polietilénico y en los cuales el revestimiento consiste total o preponderantemente de quitosana, así como el uso de polímeros microencapsulados ("soil repellants" o repelentes de suciedad), que tienen los grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de glicol polietilénico y en los cuales el revestimiento consiste total o de manera preponderante de quitosana, para la producción de agentes de tratamiento de ropa lavada.

Ejemplos

Ejemplo 1

En un matraz de tres cuellos de 500 ml con dispositivo para revolver y refrigerante condensador con reflujo se disolvieron 3 g de agar-agar en 200 ml de agua hirviente. Se adicionaron primero una solución de 10 g de glicerina en 90 ml de agua y luego una preparación de 2,5 g de alginato de sodio en forma de una solución acuosa al 10% en peso, 3 g de Milease® T, 0,5 g de preservante (Phenonip®) y 0,5 g de Polisorbat-20 (Tween® 20, ICI) en 64 g de agua. La matriz obtenida se filtró, se calentó hasta 60°C y se adicionó a gotas a una solución en agua de glicosilato de quitosana al 1% en peso. Las preparaciones se tamizaron luego para obtener microcápsulas con el mismo diámetro.

Ejemplo 2

En un matraz de 3 cuellos de 500 ml equipado con un dispositivo para revolver y un refrigerante condensador con reflujo, se disolvieron 3 g de agar-agar en 200 ml de agua. A continuación se pone la mezcla en el transcurso de 30 minutos revolviendo fuertemente primero con una solución de 10 g de glicerina en 90 ml de agua y luego con una preparación de 2,5 g de alginato de sodio en forma de una solución al 10% en peso, 3 g de Repelotex® SRP 3, 0,5 g de preservante (Phenonip®) y 0,5 g de Polisorbat-20 (Tween® 20, ICI) en 64 g de agua. La matriz obtenida se filtró, se calentó hasta 60°C y se adicionó a gotas a una solución en agua al 1% en peso de glicosilato de quitosana. Las preparaciones se tamizaron luego para obtener microcápsulas con el mismo diámetro.

ES 2 287 367 T3

La siguiente tabla 1 contiene una serie de ejemplos de formulación. Allí las formulaciones significan lo siguiente:

1,2) detergentes líquidos 3) agente suavizante 4) agente de tratamiento posterior de la ropa lavada

TABLA 1

Composición de las preparaciones acuosas				
Composición	1	2	3	4
Alcohol de coco C _{12/18} - + 5EO Dehydol® LT5	25,0	25,0	-	-
Alcohol de coco C _{12/18} +7EO Dehydol® LT7	10,0	-	-	-
Éter mezclado ¹⁾ Dehypon® KE 3447	-	10,0	-	-
Dipalmoilmetiletoximonio metosulfato Dehyquart® AU 54	-	-	25,0	-
Carbopol	0,49	0,49	0,49	
Colorante	0,01	0,01	0,01	
Microcápsulas Ejemplo 1	1,0	-	1,0	-
Microcápsulas Ejemplo 2	-	1,0	-	1,0
Agua	ad 100			
1) Producto de reacción de 1,2-Dodeceno-epóxido y octanol+1PO+40EO				

REIVINDICACIONES

1. Preparaciones acuosas con compuestos activos microencapsulados **caracterizadas** porque los compuestos activos representan sustancias que evitan el ensuciamiento de nuevo de los textiles, consistiendo el revestimiento de las cápsulas de manera total o preponderante de quitosana.
2. Preparaciones según la reivindicación 1, **caracterizadas** porque son agentes suavizantes de ropa lavada.
3. Preparaciones según la reivindicación 1, **caracterizadas** porque son agentes detergentes líquidos.
4. Preparaciones según la reivindicación 1, **caracterizadas** porque son agentes de tratamiento posterior de ropa lavada.
5. Preparaciones según al menos una de las reivindicaciones 1 hasta 4, **caracterizadas** porque, en calidad de compuestos activos contienen polímeros (“soil repellants” o repelentes de suciedad) que tienen grupos tereftalato de etilo y/o tereftalato de polietilenglicol.
6. Preparaciones según la reivindicación 5, **caracterizadas** porque los polímeros contienen las unidades de tereftalato de etileno/tereftalato de glicol polietilénico en una proporción molar de 65 : 35 hasta 90 : 10.
7. Preparaciones según al menos una de las reivindicaciones 1 hasta 6, **caracterizadas** porque contienen microcápsulas con diámetro promedio en el intervalo de 0,0001 hasta 5 mm, compuestas de una membrana de revestimiento y una matriz que contiene los compuestos activos, las cuales pueden obtenerse
- (a1) preparando una matriz a partir de formadores de gel, quitosanas y compuestos activos,
- (a2) dispersando opcionalmente la matriz en una fase de aceite,
- (a3) tratando la matriz dispersa con soluciones acuosas de polímeros aniónicos y separando opcionalmente en tal caso la fase de aceite;
- o
- (b1) preparando una matriz a partir de formadores de gel, polímeros aniónicos y compuestos activos,
- (b2) dispersando la matriz en una fase de aceite,
- (b3) tratando la matriz dispersada con soluciones acuosas de quitosana y separando opcionalmente en tal caso la fase de aceite;
- o
- (c1) procesando preparaciones acuosas de compuesto activo con componentes de aceite en presencia de emulsificantes hasta emulsiones de aceite en agua,
- (c2) tratando las emulsiones obtenidas de esa manera con soluciones acuosas de polímeros aniónicos,
- (c3) poniendo en contacto la matriz obtenida de esa manera con soluciones acuosas de quitosana, y
- (c4) separando los productos de encapsulamiento obtenidos de esa manera de la fase acuosa.
8. Preparaciones según al menos una de las reivindicaciones 1 hasta 7, **caracterizadas** porque contienen los compuestos activos microencapsulados en cantidades desde 0,1 hasta 10% en peso con respecto a la composición.
9. Preparaciones según al menos una de las reivindicaciones 1 hasta 8, **caracterizadas** porque contienen además surfactantes aniónicos, no iónicos, catiónicos y/o anfotéricos o zwitteriónicos.
10. Preparaciones según al menos una de las reivindicaciones 1 hasta 9, **caracterizadas** porque contienen además composiciones espesantes.
11. Método para evitar el nuevo ensuciamiento de textiles dando un acabado a las fibras, hilados o materiales planos de textiles con compuestos activos microencapsulados que se seleccionan del grupo formado de polímeros (“soil repellants” o repelentes de suciedad), que tienen grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de glicol polietilénico y en los cuales el revestimiento de las cápsulas consiste de manera total o preponderante de quitosana.
12. Uso de polímeros microencapsulados (“soil repellants” o repelentes de suciedad), que tienen grupos de tereftalato de etileno y/o tereftalato de polietilenglicol y en los cuales el revestimiento consiste de manera total o preponderante de quitosana, para la producción de composiciones de tratamiento de la ropa lavada.