



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 304 959**

51 Int. Cl.:

**D06M 15/643** (2006.01)

**D06M 13/463** (2006.01)

**C11D 3/37** (2006.01)

**C11D 1/62** (2006.01)

**C11D 17/00** (2006.01)

**C11D 3/00** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00936732 .7**

86 Fecha de presentación : **08.05.2000**

87 Número de publicación de la solicitud: **1190136**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **27.03.2002**

54

Título: **Composiciones suavizantes de tejidos y procedimiento de estabilización de composiciones suavizantes de tejidos.**

30

Prioridad: **21.05.1999 GB 9911942**  
**18.06.1999 GB 9914266**

73

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

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.11.2008**

72

Inventor/es: **Clarke, David, Ellis y**  
**Small, Samantha**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.11.2008**

74

Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 304 959 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).

# ES 2 304 959 T3

## DESCRIPCIÓN

Composiciones suavizantes de tejidos y procedimiento de estabilización de composiciones suavizantes de tejidos.

### 5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento de estabilización de la viscosidad de composiciones suavizantes de tejidos que comprenden agentes suavizantes de tejidos catiónicos y perfume.

### 10 **Antecedentes y técnica anterior**

Las composiciones suavizadoras de tejidos, especialmente las agregadas en el aclarado, son bien conocidas. Típicamente, estas composiciones comprenden un agente suavizante de tejidos catiónico y perfume. Sin embargo, frecuentemente estas composiciones padecen de problemas con la estabilidad de la viscosidad durante el almacenamiento a, o por encima, de la temperatura ambiente. Igualmente, las composiciones pueden padecer con la estabilidad física durante el almacenamiento. Frecuentemente esto está asociado con el problema de la estabilidad de la viscosidad.

Se ha encontrado que esto es particularmente problemático en composiciones suavizadoras de tejidos que comprenden proporciones relativamente altas de compuestos activos suavizadores de tejidos, por ejemplo, 8% en peso y superiores, y, de perfume.

Es conocida la forma de incorporar uno o más materiales adicionales, tales como siliconas, para reducir el arrugamiento del tejido durante las etapas de aclarado y secado del lavado.

Por ejemplo, el documento WO-A-96/15309 describe el uso de una combinación de una silicona y un polímero formador de película para este fin.

Las siliconas típicas en esta aplicación son polidiorganosiloxanos.

En muchas composiciones de la técnica anterior, las siliconas se incorporan en la forma de una emulsión, la cual es una micro-emulsión, es decir la silicona está presente en forma de gotitas líquidas que tienen un tamaño de gotita menor que la longitud de onda de la luz visible y, por ello, la emulsión es substancialmente transparente. Sin embargo, en unos pocos casos, estas son macro-emulsiones (por ejemplo, los documentos WO-A-97/31997 y WO-A-97/31998). Las siliconas antes de la emulsificación son aquellas que tienen viscosidades relativamente bajas, puesto que se supone que aquellas que tienen viscosidades superiores son más difíciles de manipular durante el procedimiento de fabricación del producto y son menos adecuadas para una característica anti-arrugas. El documento WO-A-95/24460 describe una composición suavizante de tejidos que contiene desde aproximadamente 0,2% hasta aproximadamente 20% de un polidimetil siloxano que tiene una viscosidad de desde aproximadamente 2 hasta 5.000 centi-Stokes (cSt).

La solicitud de patente en tramitación con la presente de los autores de la presente invención WO-A1-00/7180, describe composiciones suavizantes de tejidos que comprenden un suavizador de tejidos catiónico y una silicona emulsificada que tiene una viscosidad antes de emulsificación de 10.000 cSt hasta 1.000.000 cSt y es una macro-emulsión, y/o, tiene un tamaño de gotita medio en la emulsión de al menos 0,2  $\mu\text{m}$  y está emulsificada con un emulsificador que comprende uno o más tensioactivos catiónicos.

Sin embargo, lo anterior no describe cómo proporcionar estabilidad de la viscosidad mejorada tras almacenamiento a temperatura elevada para composiciones suavizantes de tejidos que comprenden suavizadores de tejidos catiónicos y perfume.

La presente invención pretende enfrentarse a los problemas con la estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a temperaturas por encima de la temperatura ambiente, en particular entre 25°C pero por debajo de 40°C.

Se ha descubierto ahora que puede lograrse estabilidad de la viscosidad sorprendentemente buena tras almacenamiento a temperaturas por encima de la temperatura ambiente, mediante la formulación de composiciones suavizantes de tejidos concentradas con 3,5 hasta 15% en peso de una silicona que está emulsificada con uno o más tensioactivos catiónicos y que se incorpora en la forma de una macro-emulsión y cuya silicona tiene una viscosidad de desde 10.000 cSt hasta 400.000 cSt, y/o la silicona emulsificada tiene un tamaño de gotita medio de al menos 0,2  $\mu\text{m}$ .

Las referencias aquí indicadas a la "emulsión de silicona emulsificada" han de considerarse pertenecientes al producto de emulsión que contiene la silicona emulsificada. Las referencias a la "silicona emulsificada" han de considerarse pertenecientes a la silicona emulsificada dentro del producto de emulsión que se ha agregado a la composición suavizante de tejidos.

### 65 **Definición de la invención**

Así pues, de acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento de mejora de la estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a temperaturas de 25°C o superiores pero por debajo de 40°C de una composición suavizante de tejidos que comprende:

## ES 2 304 959 T3

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) 0,25 hasta 2,5% en peso de perfume,

5

comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) formación de una silicona emulsificada que ha sido emulsificada con uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos para formar una macro-emulsión, siendo la viscosidad de la silicona antes de la emulsificación de desde 10.000 cSt hasta 400.000 cSt, preferiblemente desde 20.000 cSt hasta 350.000 cSt, más preferiblemente desde 25.000 cSt hasta 250.000 cSt; y

10

(ii) inclusión de la silicona emulsificada en la composición suavizante de tejidos en una cantidad de 3,5% hasta 15% en peso en base a la cantidad total de la composición incluyendo la silicona emulsificada.

15

Un segundo aspecto de la invención proporciona un procedimiento de mejora de la estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a temperaturas entre 25°C o superiores pero por debajo de 40°C de una composición suavizante de tejidos que comprende:

20

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) perfume,

25

comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) formación de una silicona emulsificada en la que el tamaño de gotita medio de la silicona emulsificada es al menos de 0,2  $\mu\text{m}$ , preferiblemente al menos 0,25  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente al menos de 0,39  $\mu\text{m}$ , preferiblemente también no superior a 25  $\mu\text{m}$  y la silicona está emulsificada con un emulsificador que comprende uno o más emulsificadores catiónicos; y

30

(ii) inclusión de la silicona emulsificada en la composición suavizante de tejidos en una cantidad de 3,5% hasta 15% en peso en base a la cantidad total de la composición incluyendo la silicona emulsificada.

35

Un tercer aspecto de la presente invención proporciona una composición suavizante de tejidos que comprende:

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) perfume; y

40

(c) 3,5% hasta 15% en peso de una silicona emulsificada que ha sido emulsificada con uno o más tensioactivos catiónicos para formar una macro-emulsión;

45

en la que la viscosidad de la silicona antes de la emulsificación es desde 10.000 cSt hasta 400.000 cSt, preferiblemente desde 20.000 cSt hasta 350.000 cSt, más preferiblemente desde 25.000 cSt hasta 250.000 cSt.

Un cuarto aspecto de la presente invención proporciona una composición suavizante de tejidos que comprende:

50

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) perfume; y

55

(c) 3,5% hasta 15% en peso de una silicona emulsificada que ha sido emulsificada con uno o más tensioactivos catiónicos;

60

en la que el tamaño de gotita medio de la silicona emulsificada es al menos de 0,2  $\mu\text{m}$ , preferiblemente al menos 0,25  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente al menos de 0,39  $\mu\text{m}$ , preferiblemente también no superior a 25  $\mu\text{m}$ .

Los procedimientos de acuerdo con la presente invención pueden opcionalmente incluir tanto el primer como el segundo aspecto de la presente invención y las composiciones de la presente invención pueden opcionalmente incluir tanto el tercer como el cuarto aspecto.

65

El agente suavizante de tejidos catiónico puede comprender uno o más materiales suavizantes de tejidos catiónicos y la silicona emulsificada puede comprender uno o más materiales de silicona individuales.

**Descripción detallada de la invención***Procedimiento*

5 El procedimiento de la presente invención proporciona una composición suavizante de tejidos que tiene estabilidad de la viscosidad mejorada tras almacenamiento a temperaturas elevadas, por ejemplo 25°C y superiores, particularmente 25°C y superiores pero por debajo de 40°C, por ejemplo, a 37°C, mediante la adición de 3,5% hasta 15% en peso de la silicona emulsificada descrita más adelante.

10 La silicona emulsificada puede incluirse en la composición suavizante de tejidos en cualquier momento adecuado durante su preparación. La silicona emulsificada puede post-agregarse a una composición suavizante de tejidos que comprende un agente suavizante de tejidos catiónico y un perfume, por ejemplo, cuando se ha formado la composición tal como se indica en los ejemplos siguientes. Como alternativa, la silicona emulsificada puede agregarse al agente suavizante de tejidos catiónico y, a continuación, agregarse a la misma el perfume, o, el perfume y el agente suavizante  
15 pueden agregarse a la silicona emulsificada.

El procedimiento proporciona, preferiblemente, una composición suavizante de tejidos que comprende un agente suavizante de tejidos catiónico y perfume (tal como se hace referencia aquí) que tiene estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a 37°C durante 43 días o más, preferiblemente 56 días o más. Por ejemplo, la viscosidad no aumenta o disminuye por un factor de 3, preferiblemente no más de un factor de 2,5, por ejemplo no más de un factor de 2, de la viscosidad inicial, durante el almacenamiento.

20

*Agentes suavizantes de tejidos catiónicos*

25 Preferiblemente, el agente suavizante de tejidos catiónico es un material de amonio cuaternario o un material de amonio cuaternario que contiene al menos un grupo éster. Los compuestos de amonio cuaternario que contienen al menos un grupo éster se hace referencia a ellos aquí como compuestos de amonio cuaternario ligados con éster. Tanto los compuestos de amonio cuaternario no ligados con éster como los compuestos de amonio cuaternario ligados con éster pueden usarse de acuerdo con la invención.

30

Tal como se usa aquí, el término grupo éster, cuando se usa como un grupo en el material de amonio cuaternario, incluye un grupo éster que es un grupo de ligamiento en la molécula.

35 Se prefiere que los compuestos de amonio cuaternario ligados con éster contengan dos o más grupos éster. Tanto en los compuestos de amonio cuaternario monoéster como diéster, se prefiere que el grupo o grupos éster sea un grupo de ligamiento entre el átomo de nitrógeno y un grupo alquilo. El grupo o grupos éster están unidos, preferiblemente, al átomo de nitrógeno a través de otro grupo hidrocarbilo.

40 Igualmente preferidos son los compuestos de amonio cuaternario que contienen al menos un grupo éster, preferiblemente dos, en los que al menos un grupo de peso molecular superior que contiene al menos un grupo éster y dos o tres grupos de peso molecular inferior están ligados a un átomo de nitrógeno común para producir un catión y en el que el anión de balance eléctrico es un ión haluro, acetato o alquilsulfato inferior, tal como cloruro o metosulfato. El sustituyente de peso molecular superior sobre el nitrógeno es, preferiblemente, un grupo alquilo superior, conteniendo 12 hasta 28, preferiblemente 12 hasta 22, por ejemplo 12 hasta 20 átomos de carbono, tal como coco-  
45 alquilo, seboalquilo, seboalquilo hidrogenado o alquilo superior sustituido, y los sustituyentes de peso molecular inferior son preferiblemente alquilo inferior de 1 hasta 4 átomos de carbono, tal como metilo o etilo, o alquilo inferior sustituido. Uno o más de dichos sustituyentes de peso molecular inferior puede incluir una parte arilo o puede estar reemplazada por un arilo, tal como bencilo, fenilo u otros sustituyentes adecuados.

50

Preferiblemente, el material de amonio cuaternario es un compuesto que tiene dos grupos alquilo o alquenilo de C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub> conectados a un grupo de cabeza de amonio cuaternario a través de un enlace éster, preferiblemente dos enlaces éster o un compuesto que comprende una única cadena larga con una longitud de cadena promedio igual o superior a C<sub>20</sub>.

55

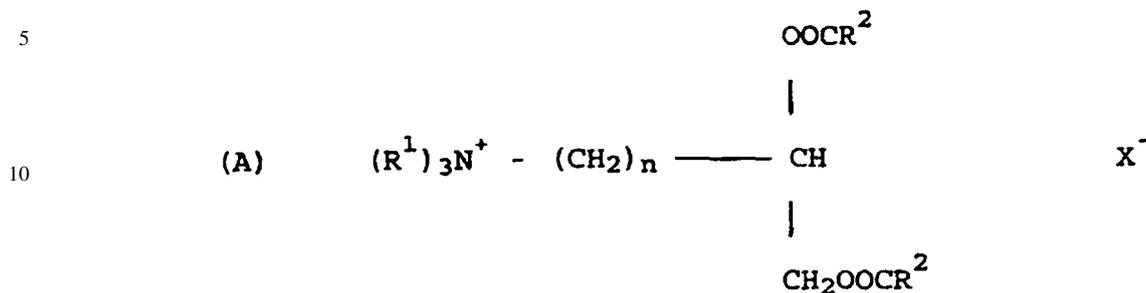
Más preferiblemente, el material de amonio cuaternario comprende un compuesto que tiene dos cadenas alquilo o cadenas alquenilo largas con una longitud de cadena promedio igual o superior a C<sub>14</sub>. Incluso más preferiblemente, cada cadena tiene una longitud de cadena promedio igual o superior a C<sub>16</sub>. Lo más preferiblemente, al menos el 50% de cada grupo alquilo o alquenilo de cadena larga tiene una longitud de cadena de C<sub>18</sub>. Se prefiere que los grupos alquilo o alquenilo de cadena larga sean predominantemente lineales.

60

65

## ES 2 304 959 T3

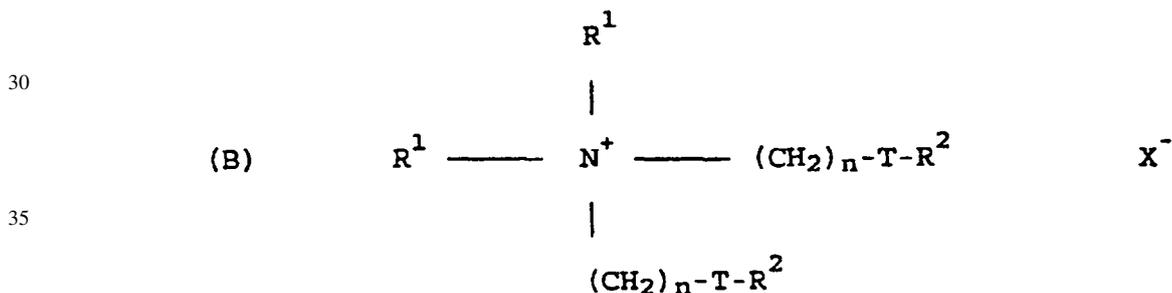
El tipo el más preferido de material de amonio cuaternario ligado a éster que puede usarse en composiciones de acuerdo con la invención está representado por la fórmula (A):



en la que  $\text{R}^1$ ,  $n$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{X}^-$  son tal como se definen más adelante.

20 Los materiales preferidos de esta clase tal como cloruro de 1,2-bis-[seboiloxi hidrogenado]-3-trimetilamonio propano y su procedimiento de preparación se describe, por ejemplo, en el documento US-A-4.137.180. Preferiblemente, estos materiales comprenden pequeñas cantidades del monoéster correspondiente tal como se describe en el documento US-A-4.137.180, por ejemplo cloruro de 1-seboiloxi hidrogenado-2-hidroxi-3-trimetilamonio propano.

25 Otra clase de materiales de amonio cuaternario ligados a éster para uso en composiciones de acuerdo con la invención pueden representarse mediante la fórmula (B):



40 en la que cada grupo  $\text{R}^1$  está seleccionado independientemente entre grupos alquilo, hidroxialquilo de  $\text{C}_{1-4}$  o alquenoilo de  $\text{C}_{2-4}$ ; y en la que cada grupo  $\text{R}^2$  está seleccionado independientemente entre grupos alquilo o alquenoilo de  $\text{C}_{8-28}$ ;  $\text{X}^-$  es cualquier contra-ión adecuado, es decir, un ión haluro, acetato o alcosulfato inferior, tal como cloruro o metosulfato.

T es



ó



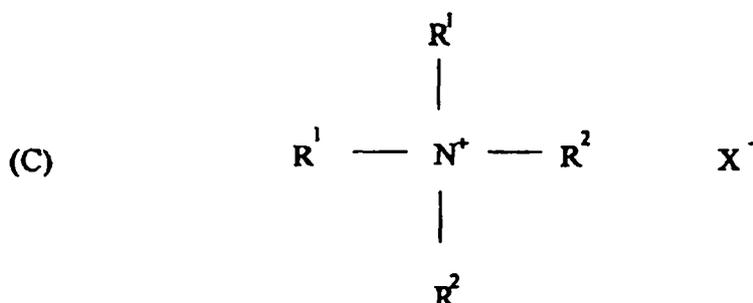
y  $n$  es un número entero desde 1-5 o es 0.

65 Es especialmente preferido que cada grupo  $\text{R}^1$  sea metilo y cada  $n$  sea 2.

## ES 2 304 959 T3

De los compuestos de fórmula (B), el cloruro de di-(seboiloxietil)-dimetil amonio, disponible de Hoechst, es el más preferido. El cloruro de di-(seboiloxietil hidrogenado)-dimetil amonio, de Hoechst y el metosulfato de di-(seboiloxietil)-metil hidroxietilo, son igualmente preferidos.

Otra clase preferida de agente suavizante de tejidos catiónico de amonio cuaternario es el definido por la fórmula (C):



en la que  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{X}^-$  son tal como se han definido aquí anteriormente.

Un material preferido de fórmula (C) es cloruro de di-sebo endurecido-di-metil amonio, comercializado bajo la Marca Comercial de Arquad 2HT.

Es ventajoso por razones medioambientales que el material de amonio cuaternario sea biológicamente degradable.

El opcionalmente material de amonio cuaternario ligado a éster puede contener componentes adicionales opcionales, tal como es conocido en la técnica, en particular, disolventes de bajo peso molecular, por ejemplo isopropanol y/o etanol, y compuestos co-activos tales como suavizadores no iónicos, por ejemplo ésteres de sorbitano o ácido graso.

El agente suavizante de tejidos está presente en la composición en una cantidad total de 8%-50% en peso en base al peso total de la composición, preferiblemente 10-35%, más preferiblemente 12-30%, más preferiblemente 12-25%, tal como 12-20%.

### *Perfume*

El perfume está típicamente presente en la composición suavizante de tejidos en cantidades de 0,25% hasta 2,5% en peso, preferiblemente 0,25% hasta 2%, más preferiblemente 0,27% hasta 2%, tal como 0,3% hasta 1,5%. Se ha encontrado que, a proporciones más bajas de perfume, la inestabilidad de la viscosidad no es problemática.

En las composiciones pueden estar presentes uno o más perfumes.

El perfume usado en la invención puede ser de naturaleza o bien lipofóbica o bien lipofílica. Por un perfume lipofílico se entiende que el perfume tiene una solubilidad en agua (es decir, se disuelve) de 1 g o menor en 100 ml de agua a 20°C. Preferiblemente, la solubilidad en agua es de 0,5 g o menor, más preferiblemente de 0,3 g o menor. Dichos perfumes pueden denominarse como perfumes insolubles en agua.

El perfume puede ser cualquier perfume convencional usado en composiciones suavizantes de tejidos. De acuerdo con ello, el perfume será preferiblemente compatible con los tipos de compuestos activos suavizantes de tejidos que típicamente se encuentran en composiciones suavizantes de tejidos, aunque, no muchos perfumes disponibles comercialmente no serán compatibles. Igualmente, el perfume será generalmente de naturaleza polar. Los ejemplos incluyen los perfumes "Softline" y "Euroglide" (de Givaudon-Roure).

Los perfumes contienen un cierto número de ingredientes que pueden ser productos naturales o extractos tales como aceites esenciales, compuestos absolutos, resinoides, resinas, etc, y componentes de perfumes sintéticos tales como hidrocarburos, alcoholes, aldehídos, cetonas, éteres, ácidos, ésteres, acetales, cetales, fenoles, etc., incluyendo compuestos saturados y no saturados, compuestos alifáticos, alicíclicos, heterocíclicos y aromáticos. Los ejemplos de componentes de perfume de este tipo se encuentran en *Perfume and Flavour Chemicals* por Steffen Arctander (Library of Congress catalogue card no. 75-91398).

Cualquier perfume que sea compatible con los agentes suavizantes de tejidos catiónicos puede usarse en la composición.

Puede usarse más de un perfume en las composiciones.

## ES 2 304 959 T3

### *Silicona emulsificada*

La silicona emulsificada está emulsificada con uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos. El término “silicona emulsificada” se refiere a la silicona activa.

5 De acuerdo con el primer y tercer aspecto de la presente invención, en la silicona emulsificada, las gotitas de silicona se incorporan para estar en la forma de una macro-emulsión, es decir, las gotitas tienen un tamaño medio dentro del intervalo de longitud de onda que corresponde al espectro visible, o incluso mayor. Típicamente, la emulsión es una emulsión de aceite en agua (es decir, silicona en agua). El término tamaño medio se refiere al promedio en número El espectro visible es de  $0,39 \mu\text{m}$  hasta  $0,77 \mu\text{m}$ .

10 En la emulsión, el tamaño medio de las gotitas de silicona es, por ello, preferiblemente, de desde  $0,39 \mu\text{m}$  hasta  $25 \mu\text{m}$ . En el segundo y cuarto aspecto de la presente invención, en la emulsión, las gotitas de silicona tienen un tamaño medio de  $0,2 \mu\text{m}$ , preferiblemente al menos  $0,25 \mu\text{m}$ . El tamaño de la gotita puede determinarse en base a mediciones de DV05 medio usando un Malvern X Mastersizer.

15 La silicona puede ser de cualquier estructura que produzca el efecto de estabilización de la viscosidad deseado en composiciones suavizadoras de tejidos que comprenden suavizador de tejido catiónico y perfume. Preferiblemente, tiene una estructura lineal. Preferiblemente es una silicona no funcional, especialmente una que es no amino funcional. 20 Las siliconas típicas son siloxanos que tienen unidades de la fórmula general  $\text{R}_a\text{SiO}_{(4-a)/2}$  en la que cada R es el mismo o diferente y está seleccionado entre grupos hidrocarburo e hidroxilo, siendo a desde 0 hasta 3 y en el material a granel, a tiene un promedio de desde 1,85-2,2.

25 Lo más preferiblemente, la silicona es un polidi-alquilo de  $\text{C}_{1-6}$  (preferiblemente un polidimetil) siloxano terminado en su extremo o bien por grupos tri-alquilo de  $\text{C}_{1-6}$  sililo (por ejemplo, trimetilsililo) o bien por grupos hidroxi-di-alquilo de  $\text{C}_{1-6}$  sililo (por ejemplo, hidroxi-dimetilsililo), o por ambos.

30 Ciertamente, en el procedimiento y composiciones del primer y tercer aspecto de la presente invención y preferiblemente, en el caso del procedimiento y composiciones del segundo y cuarto aspecto, la silicona tiene una viscosidad antes de emulsificación (medida sobre un viscosímetro Brookfield RV4 a  $25^\circ\text{C}$ , usando una aguja No. 4 a 100 rpm) de desde 10.000 cSt hasta 400.000 cSt, preferiblemente desde 20.000 cSt hasta 350.000 cSt, más preferiblemente desde 25.000 ct hasta 250.000 cSt.

35 En todos los aspectos de la presente invención, la emulsificación se efectúa usando uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos. Preferiblemente, el catión en el emulsificador tensioactivo catiónico está seleccionado entre metosulfatos de alquil tri-metilamonio y sus derivados, en los cuales, al menos dos de los grupos metilo sobre el átomo de nitrógeno están reemplazados por grupos (poli)alcoxilados. Puede usarse cualquier contra-ión adecuado en el emulsificador tensioactivo catiónico. Los contra-iones preferidos para los emulsificadores tensioactivos catiónicos incluyen halógenos (especialmente cloruros), metosulfato, etosulfato, tosilato, fosfato y nitrato. Se estima igualmente 40 que los emulsificadores tensioactivos catiónicos potencian la deposición de la silicona durante el uso de la composición suavizante de tejidos.

45 La silicona emulsificada (como silicona activa al 100%) se incluye en las composiciones suavizadoras de tejidos en una cantidad de 3,5% hasta 15% en peso de la composición total (incluyendo el producto de emulsión que contiene la emulsión de silicona), preferiblemente 3,75% hasta 12%, más preferiblemente 4% hasta 10%, lo más preferiblemente 4,5% hasta 10%.

50 Igualmente, pueden usarse mezclas de uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos con uno o más tensioactivos no iónicos.

Preferiblemente, la cantidad total de tensioactivo o tensioactivos catiónicos emulsificantes es desde 0,5% hasta 20%, preferiblemente desde 2% hasta 12%, más preferiblemente desde 3% hasta 10% en peso de la emulsión.

55 La cantidad total de silicona en la emulsión será generalmente de hasta 70% en peso de la emulsión.

Preferiblemente, la relación en peso de silicona al tensioactivo o tensioactivos catiónico emulsificante total es desde 2,3:1 hasta 120:1, preferiblemente 3:1 hasta 120:1, por ejemplo desde 3:1 hasta 30:1.

60 Los emulsificadores de tensioactivo catiónico típicos usados en la emulsiones son metosulfatos y cloruros de alquil tri-metilamonio y metosulfatos y cloruros de alquil etoxialquil amonio. Los ejemplos incluyen cloruro de cetil trimetil amonio y metosulfato de coco pentaetoximetil amonio y derivados en los cuales al menos dos de los grupos metilo sobre el átomo de nitrógeno están reemplazados por grupos (poli)alcoxilados.

65 En el producto final, la relación en peso de agente suavizante de tejidos total a la silicona total es preferiblemente desde 2,5:1 hasta 10:1, preferiblemente desde 3:1 hasta 8,5:1, más preferiblemente desde 3:1 hasta 7:1.

## ES 2 304 959 T3

### *Ingredientes opcionales*

Las composiciones suavizantes de tejidos pueden incluir opcionalmente uno o más tensioactivos no iónicos.

5 Los tensioactivos no iónicos adecuados que pueden usarse incluyen los productos de condensación de alcoholes lineales o ramificados primarios o secundarios de C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub>, preferiblemente alcoholes de C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>, alcoxilados con 4 o más moles de óxido de alquileo, preferiblemente 4-25 moles de óxido de alquileo, más preferiblemente entre 10 y 25 moles de óxido de alquileo, por ejemplo, 15-20. Preferiblemente, el óxido de alquileo es óxido de etileno. Los alcoholes pueden ser saturados o insaturados. El alcoxilato puede incluir grupos propoxilados. Los ejemplos incluyen coco 5 EO, coco 20 EO, lauril 4 EO y lauril 23 EO.

15 Los etoxilatos de alcohol adecuados incluyen los productos de condensación de alcohol graso de coco con 15-20 moles de óxido de etileno, por ejemplo, etoxilato de coco 20, y, productos de condensación de alcohol de sebo con 10-20 moles de óxido de etileno, por ejemplo, etoxilato de sebo 15.

Los ejemplos de tensioactivos no iónicos adecuados incluyen Genapol T-110, Genapol T-150, Genapol T-200, Genapol C-200 todos de Hoechst AG, Lutensol AT18 de BASF, Genapol 0-100 y Genapol 0-150 de Hoechst.

20 Cuando están presentes en las composiciones, la proporción de tensioactivo no iónico está preferiblemente dentro del intervalo de 0,01 hasta 5% en peso, más preferiblemente desde 0,2 hasta 3% en peso, lo más preferiblemente desde 0,5 hasta 2% en peso, por ejemplo, 0,55 hasta 1% en peso. Las composiciones suavizantes de tejidos pueden incluir igualmente, de manera opcional, uno o más alcoholes grasos.

25 Los alcoholes grasos adecuados que pueden usarse incluyen alcoholes grasos de aproximadamente 10-40 átomos de carbono. Más preferiblemente, el alcohol graso puede tener un grupo alquilo o alqueno de cadena recta o ramificada conteniendo desde aproximadamente 10-24, preferiblemente desde aproximadamente 10-20, de manera especial preferiblemente desde aproximadamente 12-20 átomos de carbono. Los ejemplos específicos del alcohol graso incluyen decanol, dodecanol, tetradecanol, pentadecanol, hexadecanol, octadecanol, y mezclas de los mismos.

30 Además, el alcohol graso puede ser de un origen natural o sintético y puede incluir, por ejemplo, alcohol mezclado, tal como alcoholes de C<sub>16</sub> a C<sub>18</sub> preparados mediante polimerización de Ziegler de etileno o mediante reducción de ácidos grasos.

35 Preferiblemente, el alcohol graso, cuando está presente, está presente dentro del intervalo de 0,1 hasta 0,5% en peso, lo más preferiblemente 0,2 hasta 3%, por ejemplo, 0,5 hasta 1% en peso de la composición suavizante de tejidos total.

40 Las cantidades de tensioactivo no iónico y alcoholes grasos están expresadas como % en peso en base al peso total de la composición suavizante de tejidos, incluyendo la cantidad de producto de emulsión de silicona agregado.

45 Las composiciones pueden contener igualmente uno o más ingredientes opcionales, seleccionados entre electrolitos, disolventes no acuosos, agentes de tamponación del pH, vehículos de perfumes, fluorescedores, colorantes, hidrotopos, agentes antiespumación, agentes antiredeposición, compuestos polímeros y otros espesantes, enzimas, agentes abrillantantes ópticos, opacificadores, agentes anti-encogimiento, agentes anti-arrugas auxiliares, agentes anti-manchas, germicidas, fungicidas, anti-oxidantes, agentes anti-corrosión, agentes formadores de pliegues, agentes antiestáticos, protectores solares, agentes protectores del color y adyuvantes para el planchado auxiliares.

50 La forma del producto es un líquido o gel, más especialmente un líquido acuoso. En productos líquidos, puede incluirse, si es necesario, un agente de control de la viscosidad. Sin embargo, en el procedimiento de la invención, y las composiciones de la invención, dichos agentes de control de la viscosidad no son siempre necesarios. Cualquier agente de control de la viscosidad típicamente usado con los acondicionadores de aclarado es adecuado, por ejemplo polímeros biológicos tales como goma xantano (Kelco de Kelsan y Rhodopol de Rhône-Poulenc). Igualmente, pueden usarse polímeros sintéticos como agentes de control de la viscosidad, por ejemplo ácido poliacrílico, polivinil pirrolidona, polietileno, carbómeros, polietileno, polietileno glicoles y espesantes a base de celulosa tal como hidroxietil celulosa modificada para incluir grupos substituyentes de cadena larga. Son igualmente adecuados como modificadores de la viscosidad los polímeros de desacoplamiento y polímeros desfloculantes.

Se prefiere que las composiciones estén substancialmente libres de blanqueantes.

60 Los emulsificadores tensioactivos catiónicos se estima igualmente que potencian la deposición de la silicona durante el uso de la composición suavizante de tejidos.

### *Forma del producto*

65 Se prefiere que el propio producto final sea una emulsión acuosa, preferiblemente una macro-emulsión y no una micro-emulsión, conteniendo suavizador de tejidos suspendido y gotitas de silicona emulsificada.

## ES 2 304 959 T3

### Ejemplos

#### Preparación de la emulsión de silicona

5 Se formuló un polidimetilsiloxano con terminación hidroxilo (PDMS) con una viscosidad de 60.000 cSt en forma de una macro-emulsión acuosa con la fórmula:

	<u>Componente</u>	<u>%</u>
10	PDMS	60,0
	CTAC (1)	3,5
15	COCOPEMAMS (2)	1,9
	Agua, ácido acético y	
	<u>antiespuma</u>	<u>hasta 100</u>
20	(1) cloruro de cetil trimetilamonio	
	(2) metosulfato de coco pentaetoximetilamonio	

25 El tamaño de partícula de la silicona emulsificada en la emulsión fue aproximadamente de 0,5 micrómetros.

#### Ejemplo 1

30 La emulsión, preparada como anteriormente, se incorporó dentro de la composición suavizante de tejidos del Ejemplo 1. La composición del Ejemplo 1 se muestra a continuación, en la cual las cantidades están en % en peso de la composición total:

#### Ejemplo 1: Composiciones

	<u>Componente</u>	Control	A	B	C	D	E
40	<b>Suavizante de tejidos</b>						
	<b>Composición</b>						
45	Suavizador catiónico (3)	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
	Coco 20 EO no iónico	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
	Alcohol de sebo	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
50	Silicona anti-espuma (5)	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
	Proxel GXL (4)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
	Nacarador (mica)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
55	Tinte (6)		←0,0015→				
	Perfume	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
60	<b>Emulsión (7)</b>	<b>0</b>	<b>1,66</b>	<b>3,33</b>	<b>5,00</b>	<b>6,66</b>	<b>8,33</b>
	Silicona PDMS	0	1	2	3	4	5
	CTAC	0	0,058	0,116	0,175	0,23	0,29
65	COCOPEMAMS	0	0,031	0,063	0,095	0,126	0,158

# ES 2 304 959 T3

(Continuación)

5 **Agua**

**←hasta 100→**

(3) Mezcla de cloruro de 1,2-bis-[seboiloxi hidrogenado]-3-trimetil amonio propano y ácido graso libre en una relación en peso de 6:1.

10 (4) Conservante

(5) 30% de producto activo

(6) 1% de producto activo

15 (7) La emulsión es el producto de emulsión que contiene la silicona emulsificada.

20 Las composiciones A, B y C son ejemplos comparativos.

Las cantidades entre paréntesis rectos en los ejemplos son las cantidades del producto de emulsión de silicona agregado (conteniendo la emulsión de silicona). Las cantidades de silicona agregadas mediante esta adición están indicadas.

25 Las composiciones del Ejemplo 1 se prepararon mediante la formación de una pre-mezcla por fusión del suavizador catiónico, el coco 20 EO y el alcohol de sebo conjuntamente a 80°C. El agua, Proxel y antiespuma se calentaron en un recipiente a 55°C con recirculación. La pre-mezcla fundida se agregó al recipiente a lo largo de 5 minutos con molienda. La composición se molió adicionalmente en caliente durante 12 minutos. La composición se recirculó, se molió y se enfrió a 30°C a lo largo de 36 minutos. Se agregó el perfume a 50°C. Se agregó la solución de tinte a 30°C y el producto se molió adicionalmente durante 12 minutos. Se agregó la emulsión de silicona a la composición y la composición se mezcló con recirculación durante 10 minutos.

35 Ejemplo 2

Se formuló un PDMS con una viscosidad de 300.000 cSt en forma de macro-emulsión acuosa que tiene la fórmula:

<u>Componente</u>	<u>%</u>
PDMS	60,0
COCOTMAMS (1)	3,5
COCOPEMAMS (2)	1,9
Agua, ácido acético y	
<u>antiespuma</u>	<u>hasta 100</u>
(1) metosulfato de coco trimetil amonio	
(2) descrito anteriormente	

55 El tamaño de partícula de la silicona emulsificada en la emulsión fue aproximadamente de 0,5 micras.

60 La emulsión se incorporó dentro de las composiciones suavizantes de tejidos del Ejemplo 1. Las composiciones se prepararon de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

## ES 2 304 959 T3

Se obtuvieron las composiciones siguientes:

<u>Componente</u>	F	G	H	I	J
<b>Suavizante de tejidos</b>					
<b>Composición</b>					
Suavizador catiónico	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
Coco 20 EO no iónico	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Alcohol de sebo	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Silicona anti-espuma	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Proxel GXL	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Nacarador (mica)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Tinte	←0,0015→				
Perfume	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
Emulsión (1)	1,66	5,00	8,33	16,66	25,0
Silicona PDMS (2)	1	3	5	10	15
COCOTMAMS	0,058	0,175	0,291	0,583	0,875
COCOPEMAMS	0,031	0,095	0,158	0,316	0,475
Agua	←hasta 100→				
<b>(1)El producto de emulsión conteniendo la silicona emulsificada</b>					
<b>(2) La viscosidad antes de la emulsión fue de 300.000 cSt</b>					

### Ejemplo 3

La composición de Control y las composiciones A a J se almacenaron a 37°C. La viscosidad de los ejemplos se midió a diversos intervalos con el fin de evaluar la estabilidad de la viscosidad tras el almacenamiento. Todas las viscosidades se midieron a 25°C sobre un Haake VT 500 con una plomada MVI y viscosímetro de copa. La velocidad de cizallado fue de 106 seg<sup>-1</sup>. Los resultados de viscosidades se muestran en mPas.

Los resultados para el ejemplo de Control y las composiciones A a E (en las que el PDMS tenía una viscosidad de 60.000 cSt antes de emulsificación) se muestran en la Tabla 1. los resultados para las composiciones F a J (que comprenden PDMS con una viscosidad de 300.000 cSt antes de emulsificación) se muestran en la Tabla 2.

ES 2 304 959 T3

TABLA 1

	Control	A	B	C	D	E
	0% de silicona	1% de silicona	2% de silicona	3% de silicona	4% de silicona	5% de silicona
0 días	27	30	38	30	35	37
8 días	29	31	41	41	37	36
14 días	25	35	50	71	41	34
27 días	29	396	421	425	46	37
43 días	530	>500	>500	520	44	39
56 días					46	34
70 días					483	>500

Los resultados anteriores muestran que los ejemplos que contienen 4% y 5% en peso de la silicona del Ejemplo 1 mostraron estabilidad de la viscosidad mejorada después de almacenamiento a 37°C sobre el Control y los ejemplos que contienen 1, 2 y 3% de la silicona del Ejemplo 1. Las composiciones suavizadoras de tejidos concentradas deberían tener de manera deseable una viscosidad no significativamente fuera del intervalo aproximado de 25-70 mPas después de almacenamiento.

TABLA 2

	F	G	H	I	J
	1% de silicona	3% de silicona	5% de silicona	10% de silicona	15% de silicona
0 días	31	33	33	57	73
7 días	30	307	45	70	98
14 días	40		49	73	86
29 días	356		41	61	79
58 días			40	69	74
70 días			37	56	73
92 días			33	57	82

Los resultados anteriores demuestran que los ejemplos que contienen 5, 10 y 15% de silicona proporcionan excelente estabilidad de la viscosidad a 37°C y mejoran significativamente la estabilidad sobre composiciones que contienen 1% y 3% de silicona.

Ejemplo 4

El ejemplo siguiente demuestra el efecto de usar un emulsificador mezclado (catiónico y no iónico) para la silicona.

## ES 2 304 959 T3

### Preparación

Se formuló PDMS con una viscosidad de 60.000 cSt en forma de una macro-emulsión acuosa que tiene la composición:

	<b>Componente</b>	<b>% de compuesto activo en peso</b>
5	PDMS	60,0
10	Emulsificador catiónico (1)	3,5
	Emulsificador no iónico (2)	1,9
15	Agua, conservante Y antiespuma	hasta 100
(1) metosulfato de cetil trimetil amonio (2) alcohol laurílico 3 EO (disponible de Croda)		

El tamaño de partícula de la silicona emulsificada en la emulsión fue aproximadamente de 0,5 micrómetros.

A continuación, se preparó una composición suavizante de tejidos (de acuerdo con el procedimiento de preparación tal como se ha descrito en el Ejemplo) mediante la incorporación de esta emulsión en una composición suavizante de tejidos. Se obtuvieron las composiciones siguientes:

	<b>Componente</b>	<b>K</b>	<b>L</b>	<b>M</b>	<b>N</b>	<b>O</b>
35	<b>Suavizante de tejidos</b>					
	<b>Composición</b>					
40	Suavizador catiónico (1)	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
	Coco 20 EO no iónico	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
	Alcohol de sebo	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
45	Silicona anti-espuma (1)	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
	Proxel GXL (1)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
	Nacarador (mica)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
50	Tinte (1)	←0,0015→				
	Perfume	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
55	Emulsión (2)	1,66	5,00	8,33	16,66	25,00
	Silicona PDMS (3)	1	3	5	10	15
	Emulsificador catiónico	0,058	0,175	0,291	0,583	0,875
60	Emulsificador no iónico	0,031	0,095	0,158	0,316	0,475
	(1) Tal como se describe en el Ejemplo 1 (2) El producto de emulsión que contiene la silicona emulsificada (3) La viscosidad antes de emulsificación fue de 60.000 cSt					

## ES 2 304 959 T3

Las composiciones se almacenaron a 37°C. Las mediciones de viscosidad se tomaron a 25°C sobre un Haake VT 500 a 106  $\text{seg}^{-1}$  usando una plomada MVI y viscosímetro de copa. Las lecturas de viscosidades se muestran en mPas.

Los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación:

TABLA 3

	K	L	M	N	O
	1% de silicona	3% de silicona	5% de silicona	10% de silicona	15% de silicona
0 días	29	31	32	51	87
7 días	31	298	38	66	100
14 días	340		79	61	92
29 días			339	54	81
56 días				56	86
92 días				47	86

Los resultados demuestran que, para composiciones que comprenden siliconas emulsificadas con un sistema catiónico/no iónico mezclado, las composiciones que contienen 5%, 10% y 15% de silicona mostraron viscosidad mejorada sobre composiciones que comprenden 1% y 3% de silicona.

# ES 2 304 959 T3

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de mejora de la estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a temperaturas de 25°C o superiores pero por debajo de 40°C de una composición suavizante de tejidos que comprende:

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) 0,25 hasta 2,5% en peso de perfume,

comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) emulsificación de una silicona con uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos para formar una macroemulsión, siendo la viscosidad de la silicona antes de la emulsificación de 10.000 cSt hasta 400.000 cSt; y

(ii) inclusión de la silicona emulsificada en la composición suavizante de tejidos en una cantidad de 3,5% hasta 15% en peso en base a la cantidad total de la composición incluyendo la silicona emulsificada.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que, en la silicona emulsificada, el tamaño de gotita medio es desde 0,39  $\mu\text{m}$  hasta 25  $\mu\text{m}$ .

3. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el emulsificador tensioactivo catiónico tiene un contra-ión halógeno o metosulfato y el catión está seleccionado entre alquil tri-metilamonios y sus derivados, en los cuales, al menos dos de los grupos metilo sobre el átomo de nitrógeno están reemplazados por grupos (poli)alcoxilados.

4. Un procedimiento de mejora de la estabilidad de la viscosidad tras almacenamiento a temperaturas entre 25°C o superiores pero por debajo de 40°C de una composición suavizante de tejidos que comprende:

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

(b) perfume,

comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) formación de una silicona emulsificada en la que el tamaño de gotita medio de la silicona emulsificada es al menos de 0,2  $\mu\text{m}$  pero no superior a 25  $\mu\text{m}$  y la silicona está emulsificada con un emulsificador que comprende uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos; y

(ii) inclusión de la silicona emulsificada en la composición suavizante de tejidos en una cantidad de 3,5% hasta 15% en peso en base a la cantidad total de la composición incluyendo la silicona emulsificada.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la viscosidad de la silicona antes de emulsificación es desde 10.000 cSt hasta 400.000 cSt.

6. Un procedimiento de acuerdo con o bien la reivindicación 4 o bien la reivindicación 5, en el que el emulsificador tensioactivo catiónico tiene un contra-ión halógeno o metosulfato y el catión está seleccionado entre alquil tri-metilamonios y sus derivados, en los cuales, al menos dos de los grupos metilo sobre el átomo de nitrógeno están reemplazados por grupos (poli)alcoxilados.

7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la emulsión de silicona emulsificada, la cantidad total de tensioactivo catiónico emulsificante es desde 0,5% hasta 20%, preferiblemente desde 2% hasta 12%, más preferiblemente desde 3% hasta 10%, en peso de la composición total, y la relación en peso de silicona a tensioactivo emulsificante catiónico total, siendo preferiblemente desde 3:1 hasta 120:1, más preferiblemente desde 3:1 hasta 30:1.

8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el agente suavizante de tejidos catiónico está seleccionado entre compuestos de amonio cuaternario no ligados a éster y de amonio cuaternario ligados a éster.

9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el agente suavizante de tejidos catiónico está seleccionado entre cloruro de 1,2-bis-[seboiloxi hidrogenado]-3-trimetilamonio propano, cloruro de di-(seboiloxietyl)-dimetil amonio, cloruro de di-(seboiloxietyl hidrogenado)-dimetilamonio y metosulfato de di-(seboiloxietyl)metil hidroxietilo, y mezclas de los mismos.

10. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la cantidad total de agente suavizante de tejidos catiónico es desde 10% hasta 35%, más preferiblemente desde 12% hasta 30% en peso de la composición total.

## ES 2 304 959 T3

11. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicación precedentes, en el que la silicona es poli-di-alquilo de C<sub>1-6</sub>siloxano (preferiblemente polidimetilsiloxano) terminado en su extremo por grupos tri-alquilo de C<sub>1-6</sub>sililo (preferiblemente trimetilsililo) o por grupos hidroxi-di-alquilo de C<sub>1-6</sub>sililo (preferiblemente hidroxi-dimetilsililo) o una mezcla de ambos.

5

12. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicación precedentes, en el que la relación en peso de agente suavizante de tejido total a silicona total es desde 2,5:1 hasta 10:1, preferiblemente desde 3:1 hasta 8,5:1, más preferiblemente 3:1 hasta 7:1.

10

13. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicación precedentes, en el que la silicona emulsificada se incluye en una cantidad de 3,75% en peso - 12% en peso en la composición en base al peso total de la composición, preferiblemente 4% en peso - 10% en peso, más preferiblemente 4,5% en peso - 10% en peso.

15

14. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicación precedentes, en el que en la etapa (ii) la silicona emulsificada se post-agrega a una composición suavizante de tejidos que comprende el agente suavizante de tejidos catiónico y perfume, o la silicona emulsificada se agrega al agente suavizante de tejidos catiónico y, a continuación, se agrega a la misma el perfume, o el perfume y el agente suavizante de tejidos catiónico se agregan a la silicona emulsificada.

20

15. Una composición suavizante de tejidos que comprende:

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico;

(b) perfume; y

25

(c) 3,5% hasta 15% en peso de una silicona emulsificada,

30

todos los % en peso en base al peso total de la composición, en el que la silicona ha sido emulsificada con uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos para formar una macro-emulsión, siendo la viscosidad de la silicona antes de la emulsificación de 10.000 cSt hasta 400.000 cSt.

16. Una composición suavizante de tejidos que comprende:

(a) 8 hasta 50% en peso de un agente suavizante de tejidos catiónico; y

35

(b) perfume; y

(c) 3,5% hasta 15% en peso de una silicona emulsificada;

40

siendo todos los pesos sobre el peso total de la composición, en la que el tamaño de gotita medio de la silicona emulsificada es al menos de 0,2  $\mu\text{m}$  pero no superior a 25  $\mu\text{m}$  y la silicona está emulsificada con un emulsificador que comprende uno o más emulsificadores tensioactivos catiónicos.

45

50

55

60

65