

82836

## GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG

Brevet N° .....  
du 10.10.1980  
Titre délivré : 10 MAI 1982



Monsieur le Ministre  
de l'Économie et des Classes Moyennes  
Service de la Propriété Intellectuelle  
LUXEMBOURG

*By 18 m.*

*No. 4 1982*

## Demande de Brevet d'Invention

## I. Requête

LILACHIM S.A., rue de la Loi, 33, B-1040 BRUXELLES (1)  
représentée par Jean Waxweiler, 21-25 Allée Scheffer,  
Luxembourg, agissant en qualité de mandataire (2)

dépose(nt) ce dix octobre mil neuf cent quatre-vingt (3)  
à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant : (4)  
Mélanges de sels d'ammonium quaternaire.

2. la délégation de pouvoir, datée de Bruxelles le 6 octobre 1980  
3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;  
4. / planches de dessin, en deux exemplaires;  
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,

le dix octobre mil neuf cent quatre-vingt  
déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :  
Yvan Bisschops, Quellinstraat 45, B-2000 Antwerpen (5)  
Emmanuel Daguez Tripels de Hault, Drève de Richelle, 11,  
Waterloo, Belgique - Aleksef Jnoff, Allée Pré au Lait, 8, Bruxelles  
B-1400 Nivelles, Alain Delaby, avenue Henri Dunant, 3, B-1140 /  
revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de

(6) / déposée(s) en (7) /  
le / (8)

au nom de (9)

élit(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg  
Jean Waxweiler, 21-25 Allée Scheffer, Luxembourg (10)  
sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à 18 mois. (11)

Le mandataire

*Waxweiler*

## II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

10.10.1980

à 15.00 heures

Pr. le Ministre  
de l'Économie et des Classes Moyennes,

p.d.



A 68007

(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il a lieu « représenté par » agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7) pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois.

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

formée par

la Société dite : LILACHIM S.A.

pour

MÉLANGES DE SELS D'AMMONIUM QUATERNNAIRE

Inventeurs : MM. Y. BISSCHOPS, E. DRAGUEZ TRIPLETS de HAULT,

A. JNOFF et A. DELABY

---

La présente invention se rapporte à des mélanges de sels d'ammonium quaternaire ayant des propriétés adoucissantes et antistatiques pour les tissus synthétiques et naturels ou leurs mélanges. Plus particulièrement, la présente invention concerne des mélanges de sels d'ammonium quaternaire, liquides à la température ordinaire.

A l'heure actuelle, les bases adoucissantes utilisées pour le conditionnement des tissus après le cycle de lavage sont essentiellement des produits cationiques comme les chlorures de dialkyldiméthyle ammonium ou les alkylamido alkyl imidazolines. Les chaînes alkyles présentes dans ces composés proviennent essentiellement du suif de boeuf hydrogéné ou non. Ces produits cationiques, pour la plupart des composés d'ammonium quaternaire, se présentent sous forme de pâte constituée par environ 75% d'ammonium quaternaire dans un mélange d'alcool isopropylique et d'eau. Or, les adoucissants textiles sont commercialisés sous forme d'une dispersion aqueuse contenant de 2 à 9% d'ammonium quaternaire. Pour préparer cette dispersion, on doit chauffer l'ammonium quaternaire de départ à une température supérieure à 40°C, puis disperser le liquide obtenu dans l'eau chaude.

L'inconvénient de ce type de produit réside dans le fait qu'il se présente au départ sous forme de pâte et que deux traitements sont nécessaires pour le présenter sous une forme commercialisable. D'autre part, la teneur en ammonium quaternaire de ces dispersions aqueuses est strictement limitée à un maximum de 9%, car à des teneurs plus élevées, il y a formation de gel et la dispersion devient inutilisable.

Afin d'éviter ces inconvénients, on a déjà proposé d'utiliser des dérivés cycliques du type imidazoline, qui ne sont pas complètement liquides à température ordinaire, mais qui sont dispersibles à froid. Cependant, ces produits ont de moins bonnes propriétés adoucissantes, ainsi qu'une moins bonne stabilité au stockage.

Il existe encore d'autres produits cationiques liquides à température ordinaire ayant des propriétés adoucissantes, mais ces produits présentent des désavantages divers, comme instabilité en milieu aqueux, faible performance du point de vue adoucissant, ou encore formation de gel à des concentrations plus élevées que 9%. A titre d'exemples de ces produits, on peut notamment citer les dialkyles esters quaternaires, les chlorures d'alkyltriméthylammonium, et les chlorures de dialkyldiméthyle ammonium à chaîne courte.

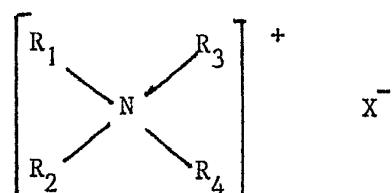
Il existe par conséquent un besoin de pouvoir disposer d'une base adoucissante concentrée, qui soit liquide, facilement manipulable à température ordinaire et dispersible dans l'eau froide, ce qui permettrait de réduire considérablement le temps de préparation et d'éviter des traitements qui présentent certains dangers, notamment à cause du point éclair de l'alcool isopropylique contenu dans la pâte.

La présente invention a pour but de remédier aux inconvénients signalés ci-dessus. La présente invention a pour objet un mélange de sels d'ammonium quaternaire, liquide à température ordinaire, et dispersible dans l'eau froide.

La présente invention a également pour objet un composé adoucissant pour les textiles, préparé à partir du mélange de sels d'ammonium quaternaire mentionné ci-dessus, cet adoucissant pouvant se présenter sous une forme concentrée.

La présente invention a également pour objet un composé adoucissant pour les textiles, préparé à partir du mélange de sels d'ammonium quaternaire mentionné ci-dessus, ayant de bonnes propriétés adoucissantes et antistatiques, et ne jaunissant pas les tissus traités.

Les compositions d'ammonium quaternaire de la présente invention sont caractérisées en ce qu'elles consistent en un mélange de sels d'ammonium quaternaire de formule générale



où les radicaux  $R_1$  et  $R_2$  sont des radicaux aliphatiques ayant de 10 à 22 atomes de carbone et où

- A) 40 à 75% en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques saturées droites,
- B) 5 à 45% en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques insaturées,

C) 3 à 55% en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques branchées,  
la somme A + B + C étant égale à 100,  
les radicaux  $R_3$  et  $R_4$ , identiques ou différents, sont des radicaux alkyles ayant de 1 à 4 atomes de carbone, et X est un anion quaternaire conventionnel.

On a trouvé, d'une manière inattendue, que ce mélange de sels d'ammonium quaternaire possède les propriétés désirées, c'est-à-dire, être liquide à la température ordinaire, être dispersible à froid et pouvoir être présenté sous une forme concentrée sans qu'il y ait formation de gel, alors que ces sels d'ammonium quaternaire utilisés seuls ne possèdent pas l'ensemble de ces propriétés. De plus, ce mélange de sels d'ammonium quaternaire permet de préparer des compositions d'adoucissant textiles ayant d'excellentes propriétés adoucissantes et antistatiques.

Cette constatation est d'autant plus surprenante que lorsque l'on utilise uniquement du suif non hydrogéné comme matière de départ, le sel d'ammonium quaternaire obtenu n'est pas liquide à température ambiante, et forme un gel lors de la préparation de dispersions à plus de 10% dans l'eau. De plus, quand on utilise un mélange d'acides gras insaturés comme matière de départ, on doit le soumettre à une hydrogénéation sévère si l'on veut éviter que le sel d'ammonium quaternaire formé à partir de celui-ci, ait un effet de jaunissement sur les tissus traités. Les sels d'ammonium quaternaire formés à partir de ces matières de départ ne présentent pas les propriétés désirées, car ils ne répondent pas aux conditions énoncées ci-dessus, du point de vue saturation, insaturation et branchement.

On a en effet trouvé que les propriétés désirées dépendent de la présence simultanée de sels d'ammonium quaternaire de formule générale décrite ci-dessus, dont les radicaux  $R_1$  et  $R_2$  possèdent des chaînes aliphatiques saturées droites, des chaînes aliphatiques insaturées et des chaînes aliphatiques branchées dans les proportions définies ci-dessus, le nombre

d'atomes de carbone de ces différentes chaînes s'échelonnant entre 10 et 22.

Les sels d'ammonium quaternaire de la présente invention sont formés avec un anion quaternaire conventionnel qui est choisi dans le groupe comprenant des halogènes tels le chlore, le brome, le radical  $\text{CH}_3\text{SO}_4^-$  et le radical nitrate, le radical acétate et le radical éthylsulfate.

D'autre part, on a constaté que les proportions relatives des différents types de chaînes aliphatiques sont relativement critiques. En effet, des compositions contenant moins de 3% en poids de chaînes branchées ne sont plus dispersibles à froid, tandis que des compositions contenant plus de 55% en poids de chaînes aliphatiques branchées n'ont pas de bonnes propriétés adoucissantes. D'autre part, des compositions contenant moins de 5% en poids de chaînes aliphatiques insaturées ne permettent pas une présentation sous une forme concentrée sans qu'il y ait une gélification du produit, tandis que des compositions contenant plus de 45% en poids de chaînes insaturées donnent lieu soit à des produits liquides n'ayant pas de bonnes propriétés adoucissantes, soit à des produits qui ne sont pas liquides à température ambiante. En ce qui concerne les chaînes aliphatiques saturées droites, des compositions contenant plus de 75% en poids de ces chaînes donnent lieu à des produits qui ne sont pas liquides à température ambiante, tandis que des compositions contenant moins de 40% en poids de ces chaînes donnent des produits n'ayant pas de bonnes propriétés adoucissantes.

On a également observé que la longueur des chaînes aliphatiques saturées droites dans le mélange est intimement liée aux proportions relatives de chaînes aliphatiques branchées et de chaînes aliphatiques insaturées présentes dans le mélange. On a ainsi constaté que dans des compositions ayant à la fois peu de chaînes aliphatiques branchées, généralement entre 3 et 9% en poids, et des chaînes aliphatiques insaturées dans une proportion comprise entre 5 et 45% en poids, il est préférable que la quantité de chaînes droites saturées se répartisse en 20 à 35% en poids de chaînes ayant de 12 à 15 atomes de carbone et 80 à 65% en poids de chaînes ayant de 16 à 22 atomes de

de carbone, dont une forte proportion de chaînes ayant de 16 à 18 atomes de carbone. Par contre, dans des compositions où la proportion de chaînes aliphatiques branchées est plus importante, généralement comprise entre 12 et 55% en poids, il est souhaitable de limiter la quantité de chaînes aliphatiques saturées droites ayant moins de 16 atomes de carbone à un pourcentage inférieur à 10% en poids de la quantité totale de chaînes.

Selon un mode d'exécution de la présente invention, les compositions d'ammonium quaternaire sont obtenues en mélangeant différents sels d'ammonium quaternaire en proportions adéquates pour former un mélange final répondant aux conditions préconisées dans la présente invention. Ainsi, on prépare tout d'abord un sel d'ammonium quaternaire à partir d'un mélange d'alcools comprenant des alcools aliphatiques à chaînes droites ayant de 16 à 22 atomes de carbone et des alcools oxo dont les chaînes aliphatiques ont de 10 à 16 atomes de carbone, 20 à 25% en poids de ces chaînes étant branchées. On fait réagir ce mélange d'alcools avec l'ammoniac pour former l'amine correspondante, cette dernière étant quaternisée par réaction avec  $\text{CH}_3\text{X}$  où X est un halogène ou le radical  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4^-$  pour former le sel d'ammonium quaternaire correspondant. D'autre part, on prépare un sel d'ammonium quaternaire à partir d'un acide gras dont les chaînes aliphatiques ont de 12 à 22 atomes de carbone, le plus souvent de 16 à 18 atomes de carbone, certaines de celles-ci étant insaturées, ou d'un mélange d'acides gras comportant des chaînes aliphatiques saturées droites, insaturées et branchées ayant de 12 à 22 atomes de carbone, le plus souvent de 16 à 18 atomes de carbone. Pour des raisons de disponibilité, on utilise le plus souvent l'acide gras de suif non hydrogéné comme acide gras ayant des chaînes aliphatiques insaturées. On fait ensuite réagir l'acide gras ou le mélange d'acides gras, selon un procédé connu, successivement avec l'ammoniac et l'hydrogène pour former l'amine correspondante, et ensuite avec  $\text{CH}_3\text{X}$  où X est un halogène ou le radical  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4^-$  pour former le sel d'ammonium quaternaire correspondant. Ces réactions sont conduites de façon à conserver l'insaturation dans le pro-

duit final. On mélange alors le sel d'ammonium quaternaire préparé à partir des alcools avec le sel d'ammonium quaternaire préparé à partir de l'acide gras en des proportions pondérales pouvant varier entre 80 - 20 et 20 - 80, plus particulièrement entre 75 - 25 et 25 - 75. Cependant, on mélange de préférence les deux sels d'ammonium quaternaire en des quantités égales.

Selon une variante de ce mode d'exécution, on effectue le mélange des composés dans les mêmes proportions que ci-dessus, mais lorsque les composés sont au stade amine, on effectue ensuite la quaternisation du mélange d'amines obtenu.

Selon une autre variante de ce mode d'exécution, on peut partir uniquement d'un mélange d'acide gras répondant aux diverses conditions d'insaturation et de branchement, puis on forme l'amine et ensuite le sel d'ammonium quaternaire de ce mélange d'acides gras.

On peut alors préparer des compositions d'adoucissant textile, en dispersant dans l'eau, à température ambiante, les compositions de l'invention. Ces compositions d'adoucissant textile peuvent être préparées sous une forme plus concentrée que les compositions usuelles et généralement à une concentration d'environ 20% en poids sans qu'il y ait gélification du produit.

Les compositions d'adoucissant textile obtenues à partir des compositions de l'invention ont d'excellentes propriétés adoucissantes et anti-statiques.

Les exemples suivants sont donnés afin de mieux illustrer la présente invention, sans pour autant en limiter la portée.

#### Exemple 1

On a transformé un acide gras, dont la composition est indiquée ci-dessous, par un procédé classique, en une amine secondaire.

##### Composition de l'acide gras

Chaînes inférieures à C<sub>12</sub> : 0,5% en poids

chaîne en C<sub>14</sub> : 3,8%

C<sub>14</sub> branché : 0,4%

chaîne en C <sub>16</sub>	: 27,1 %
C <sub>16</sub> branché	: 4 %
C <sub>17</sub> branché	: 15 %
C <sub>18</sub>	: 16,5 %
C <sub>18</sub> branché	: 23 %
C <sub>18'</sub>	: 4,7 %
C <sub>18''</sub>	: 4 %
C <sub>20</sub> branché	: 1%

Les chaînes désignées C<sub>18'</sub> et C<sub>18''</sub> sont des chaînes aliphatiques insaturées ayant 18 atomes de carbone et comportant respectivement 1 et 2 doubles liaisons.

Dans cette composition, les chaînes aliphatiques branchées représentent 43,4 %. L'indice d'iode selon la méthode AOCS Tg 1a-64 est de 44,1.

était

L'amine obtenue composée de 8,1 % d'amine primaire, 84,9 % d'amine secondaire et 7 % d'amine tertiaire.

D'autre part, on a transformé par un procédé classique, un acide gras de suif non hydrogéné, dont la composition est donnée ci-dessous, en une amine secondaire.

#### Composition

chaîne en C <sub>14</sub>	: 3 % en poids
C <sub>16</sub>	: 25 %
C <sub>16'</sub>	: 3 %
C <sub>18</sub>	: 19 %
C <sub>18'</sub>	: 41 %
C <sub>18''</sub>	: 6 %
C <sub>18'''</sub>	: 1 %
C <sub>20</sub>	: 2 %

Cette composition a un indice d'iode de 47, mais elle ne contient aucune chaîne branchée.

L'amine obtenue était composée de 86 % d'amine secondaire, environ 7 % d'amine primaire et 7 % d'amine tertiaire.

On a ensuite mélangé les deux amines obtenues dans un rapport pondéral de 1/1 et l'on a quaternisé le mélange par réaction avec  $\text{CH}_3\text{Cl}$  à 100°C sous 3 kg de pression en présence d'alcool isopropylique. On a ajouté NaOH au cours de la réaction et en fin de réaction le mélange a été filtré pour éliminer le NaCl formé au cours de la neutralisation. On obtient ainsi un produit à 75 % de concentration en ammonium quaternaire dans un mélange eau-alcool isopropylique.

Ce produit est liquide à température ordinaire et ses propriétés sont les suivantes, déterminées sur une base exempte d'eau et d'alcool isopropylique.

- indice d'iode	: 43
- chaînes branchées	: 21,7 % en poids
- chaînes inférieures à C <sub>16</sub>	: 5,3 % en poids
- chaînes insaturées	: 29,5 % en poids

A partir de ce produit, on a préparé un adoucissant pour textile en dispersant 67 g de l'ammonium quaternaire préparé ci-dessus, dans 1 l. d'eau de ville, à une température de 17°C. La dispersion est rapide et homogène et la viscosité du produit fini est d'environ 250 centipoises.

On a également préparé une dispersion aqueuse à 20 % en ammonium quaternaire, dans les mêmes conditions que celles décrites ci-dessus, de façon à obtenir un adoucissant textile liquide concentré. La viscosité de cette dispersion était d'environ 600 centipoises, et l'on n'a pas observé de formation de gel.

#### Exemple 2

On mélange dans un rapport pondéral 3/1, une amine secondaire de suif non hydrogéné, obtenue à partir de l'acide gras de suif non hydrogéné décrit à l'exemple 1, avec une amine secondaire provenant d'un alcool synthétique dont la composition est donnée ci-dessous.

Composition de l'alcool :

chaîne en C <sub>11</sub>	: 2 % en poids
C <sub>12</sub>	: 18,2 %
C <sub>12</sub> branché	: 6,1 %
C <sub>13</sub>	: 18,5 %
C <sub>13</sub> branché	: 6,2 %
C <sub>14</sub>	: 22,9 %
C <sub>14</sub> branché	: 7 %
C <sub>15</sub>	: 14,5 %
C <sub>15</sub> branché	: 4,7 %

Cet alcool synthétique contient 24 % en poids de chaînes aliphatiques branchées.

L'amine obtenue à partir de cet alcool est composée de 77 % d'amine secondaire, 3 % d'amine primaire et 17 % d'amine tertiaire.

On a quaternisé le mélange d'amines et filtré le sel formé.

On a obtenu un produit liquide à température ambiante, à 75 % de concentration en ammonium quaternaire dans un mélange eau-alcool isopropylique.

Les propriétés de l'ammonium quaternaire obtenu étaient les suivantes :

- indice d'iode : 30
- chaînes branchées : 6 % en poids
- chaînes inférieures à C<sub>16</sub> : 26 % en poids
- chaînes insaturées : 39 % en poids

On a préparé un adoucissant textile liquide à 5 % en ammonium quaternaire, en dispersant 67 g de ce produit dans 1 l. d'eau de ville à une température de 17°C. La dispersion est rapide et homogène et la viscosité de cette dispersion était d'environ 250 centipoises.

On a préparé d'autre part une dispersion aqueuse à 20 % en ammonium quaternaire et la viscosité de cette dispersion était de 600 centipoises.

Exemple comparatif 2A.

A titre de comparaison, on a préparé un ammonium quaternaire à partir de l'amine secondaire de suif non hydrogéné obtenue ci-dessus. Après quaternisation et filtration du sel formé, on obtient un produit contenant 75 % d'ammonium quaternaire dispersé dans un mélange eau-alcool isopropylique. A température ambiante, il se produit une cristallisation partielle qui s'accentue au cours du temps. Pour préparer une dispersion aqueuse à 5 % en ammonium quaternaire, il a fallu chauffer l'eau et le produit à une température d'environ 40°C. D'autre part, on a observé une formation de gel lors de la préparation d'une dispersion aqueuse à 10 % de ce produit.

Exemple comparatif 2B.

A titre de comparaison, on a préparé un ammonium quaternaire à partir d'un mélange d'alcools comprenant un alcool à chaînes droites saturées et un alcool synthétique. La composition du mélange était la suivante :

chaîne aliphatique en C <sub>11</sub>	: 1 % en poids
C <sub>12</sub>	: 9,1 %
C <sub>12</sub> branché	: 3,1 %
C <sub>13</sub>	: 9,2 %
C <sub>13</sub> branché	: 3,1 %
C <sub>14</sub>	: 11,4 %
C <sub>14</sub> branché	: 3,5 %
C <sub>15</sub>	: 7,2 %
C <sub>15</sub> branché	: 2,4 %
C <sub>16</sub>	: 32,5 %
C <sub>18</sub>	: 17,5 %

L'ammonium quaternaire obtenu, contenait environ 13 % en poids de chaînes aliphatiques branchées et 55 % en poids de chaînes aliphatiques à moins de 16 atomes de carbone.

Le produit obtenu contient 70 % d'ammonium quaternaire dans un mélange eau-alcool isopropylique. Il est liquide à température ambiante et il est possible de le disperser aisément à froid. Cependant lors de la

préparation d'une dispersion aqueuse à 15 % en ammonium quaternaire, on a constaté une formation de gel. D'autre part, ce produit a de moins bonnes propriétés adoucissantes comme le montre les tableaux ci-après donnant les résultats de tests.

Exemple 3

On a préparé selon un procédé classique, d'une part, un ammonium quaternaire à partir d'une amine secondaire de suif non hydrogéné, décrite dans l'exemple 1, et, d'autre part, un ammonium quaternaire à partir d'une amine secondaire provenant d'un mélange d'alcools comprenant un alcool à chaînes droites saturées et un alcool synthétique. La composition du mélange d'alcools est donnée ci-dessous.

chaîne en C <sub>11</sub>	: 1 % en poids
C <sub>12</sub>	: 9,1 %
C <sub>12</sub> branché : 3,1 %	
C <sub>13</sub>	: 9,2 %
C <sub>13</sub> branché : 3,1 %	
C <sub>14</sub>	: 11,4 %
C <sub>14</sub> branché : 3,5 %	
C <sub>15</sub>	: 7,2 %
C <sub>15</sub> branché : 2,4 %	
C <sub>16</sub>	: 32,5 %
C <sub>18</sub>	: 17,5 %

On a mélangé dans un rapport pondéral 1/1, les sels d'ammonium quaternaire obtenus de façon à former un produit à 75 % d'ammonium quaternaire dans un mélange eau-alcool isopropylique. Le produit est liquide à température ambiante.

Il contient environ 25 % en poids de chaînes ayant moins de 16 atomes de carbone, environ 7 % en poids de chaînes aliphatiques branchées et environ 25 % en poids de chaînes aliphatiques insaturées. L'indice d'iode du mélange de sels d'ammonium quaternaire était de 20.

On a préparé un adoucissant pour textiles en dispersant 67 g de ce produit dans 1 l. d'eau de ville à 17°C. On a d'autre part préparé une dispersion concentrée à 20 % de ce produit, sans observer de formation de gel.

Exemple 4

On a préparé un ammonium quaternaire à partir d'un mélange d'acides gras ayant la composition suivante :

chaînes aliphatiques inférieures à C <sub>14</sub>	: 4,6 % en poids
chaînes aliphatiques en C <sub>14</sub>	: 4,2 %
C <sub>14</sub> branché	: 2,1 %
C <sub>16</sub>	: 18 %
C <sub>16</sub> branché	: 14 %
C <sub>18</sub>	: 14 %
C <sub>18</sub> branché	: 27,6 %
C <sub>18'</sub>	: 6 %
C <sub>18''</sub>	: 4 %
C <sub>20</sub>	: 1 %
C <sub>20</sub> branché	: 4,5 %

Ce mélange d'acides gras a un indice d'iode de 43, et la proportion de chaînes aliphatiques branchées représente 48,2 % en poids.

On a transformé ce mélange d'acides gras successivement en amine secondaire et en ammonium quaternaire selon des procédés connus.

On a obtenu un produit contenant 75 % d'ammonium quaternaire dans un mélange eau-alcool isopropylique.

Ce produit est liquide à température ambiante et est aisément dispersible à froid pour former des compositions d'adoucissant textile diluées ou concentrées jusqu'à 20 %.

Exemple 5

On a effectué des tests de performance sur les adoucissants textiles liquides préparés dans les exemples précédents.

Les doses utilisées lors du cycle de rinçage ont été calculées sur base de 0,1 % de matières actives par rapport au poids de linge sec à traiter.

L'effet adoucissant a été déterminé par huit personnes expérimentées qui classent les tissus traités par comparaison du toucher avec une quotation de 10 à 1 du plus doux jusqu'au plus râche.

L'effet de jaunissement après traitement de tissus blancs a été mesuré par un réflectomètre Hunterlab D-25 en utilisant l'échelle de données Hunter L.a, b et plus particulièrement la valeur b positive. Les résultats obtenus montrent que les compositions de l'invention n'exercent pas d'action jaunissante sur ces tissus.

Finalement, on a mesuré l'effet antistatique des produits de l'invention. Ce test consiste à charger électriquement par frottement des pièces de tissus définies ayant été traitées avec les produits adoucissants. Les pièces de tissus ainsi chargées sont opposées sur une surface métallique inclinée et reliée à la terre. On mesure ensuite le temps que la pièce de tissus reste attirée par la surface métallique.

#### Test antistatique

##### Temps d'attraction (en seconde)

Contrôle	74
Exemple 1	20
Exemple 2	22
Exemple 2A	21
Exemple 2B	32
Exemple 3	21
Exemple 4	15

## Test d'adoucissement

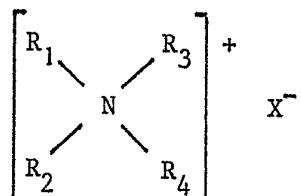
## Expérimentateurs

	1	2	3	4	5	6	7	8	Moyenne des tests
Contrôle	7	7	3	6	3	2	6	6	5,0
Exemple 1	9	9	7	8	7	8	5	8	7,625
Exemple 2	8	8	6	8	9	7	6	6	7,25
Exemple 2A	7	7	5	6	5	4	5	6	5,625
Exemple 2B	7	7	5	5	6	4	5	5	5,5
Exemple 3	9	7	7	8	8	6	7	6	7,25
Exemple 4	9	8	8	6	9	8	7	6	7,625

(Contrôle = tissu non traité)

R E V E N D I C A T I O N S

- 1) Compositions d'ammonium quaternaire caractérisées en ce qu'elles consistent essentiellement en un mélange de sels d'ammonium quaternaire de formule générale



où les radicaux  $R_1$  et  $R_2$  sont des radicaux aliphatiques ayant de 10 à 22 atomes de carbone et où

A) 40 à 75 % en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques saturées droites,

B) 5 à 45 % en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques insaturées,

C) 3 à 55 % en poids de l'ensemble de ces radicaux sont des chaînes aliphatiques branchées,

la somme A + B + C étant égale à 100,

les radicaux  $R_3$  et  $R_4$ , identiques ou différents, sont des radicaux alkyles ayant de 1 à 4 atomes de carbone, et X est un anion quaternaire conventionnel.

- 2) Compositions selon la revendication 1, caractérisées en ce que les chaînes aliphatiques saturées droites des radicaux  $R_1$  et  $R_2$  sont réparties en 20 à 35 % en poids de chaînes ayant de 12 à 15 atomes de carbone et 80 à 65 % en poids de chaînes ayant de 16 à 22 atomes de carbone dont une forte proportion de chaînes ayant de 16 à 18 atomes de carbone, lorsque les chaînes aliphatiques branchées de ces mêmes radicaux représentent de 3 à 9 % en poids et les chaînes aliphatiques insaturées de 5 à 45 % en poids.
- 3) Compositions selon la revendication 1, caractérisées en ce que la quantité totale des chaînes aliphatiques saturées droites des radicaux  $R_1$  et  $R_2$  ayant moins de 16 atomes de carbone, n'excède pas 10 % en poids de la quantité totale des chaînes aliphatiques lorsque les chaînes aliphatiques branchées de ces mêmes radicaux représentent de 12 à 55 % en poids.
- 4) Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisées en ce que X est choisi dans le groupe comprenant le chlore, le brome, le radical  $CH_3SO_4^-$  et le radical nitrate, les radicaux acétate et éthylsulfate.
- 5) Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisées en ce qu'elles comprennent de 80 à 20 % de préférence de 75 à 25 % et plus spécialement 50 % en poids d'un sel d'ammonium quaternaire préparé à partir d'un mélange d'alcools comprenant des alcools aliphatiques à chaînes droites ayant de 16 à 22 atomes de carbone et des alcools oxo dont les chaînes ont de 10 à 16 atomes de carbone, et 20 à 80 % de préférence de 25 à 75 % et plus spécialement 50 % en poids d'un sel d'ammonium quaternaire préparé à partir d'un acide gras dont les chaînes aliphatiques saturées et insaturées ont de 12 à 22 atomes de carbone.
- 6) Compositions selon la revendication 5 caractérisées en ce que l'acide gras est le suif non hydrogéné.
- 7) Compositions selon l'une quelconque des revendications 5 et 6 caractérisées en ce qu'elles comprennent un sel d'ammonium quaternaire préparé à partir d'un mélange comprenant (A) 80 à 20 %, de préférence 75 à 25 % et spécialement 50 % en poids d'une amine provenant d'un mélange d'alcools comprenant

des alcools aliphatiques à chaînes droites ayant de 16 à 22 atomes de carbone et des alcools oxo dont les chaînes ont de 10 à 16 atomes de carbone, et (B) 20 à 80 %, de préférence 25 à 75 % et spécialement 50 % en poids d'une amine provenant d'un acide gras dont les chaînes aliphatiques saturées et insaturées ont de 12 à 22 atomes de carbone.

- 8) Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisées en ce qu'elles comprennent un sel d'ammonium quaternaire provenant d'un mélange d'acides gras dont la composition comprend 40 à 75 % en poids d'acides gras à chaînes aliphatiques saturées droites à 12 à 22 atomes de carbone, de 5 à 45 % d'acides gras à chaînes aliphatiques insaturées à 12 à 22 atomes de carbone et de 3 à 55 % en poids d'acides gras à chaînes aliphatiques branchées à 12 à 22 atomes de carbone.
- 9) Adoucissant textile préparé à partir d'un sel d'ammonium quaternaire décrit dans l'une quelconque des revendications précédentes.