



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **92-01568**

(61) Perfectionare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **17.12.1992**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate: **18.12.1991 US 7/809 802;**
19.02.1992 US 7/838 124

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:

BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
28.02.1997 BOPI nr. **2/1997**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 4427558; 3356526; 3573091

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **COLGATE-PALMOLIVE COMPANY , NEW YORK, US**

(73) Titular: **COLGATE-PALMOLIVE COMPANY , NEW YORK, US**

(72) Inventatori: **CHAVEZ NAHUM, ESTADO DE MEXICO, MX; ISRAEL OLIVEROS, DISTRITO FEDERAL MEXICO, MX**

(74) Mandatar: **CABINET ENPORA-POP BUCURESTI**

(54) **COMPOZIȚIE SUB FORMĂ DE PULBERE CU CURGERE
LIBERĂ PENTRU EMOLIEREA ȚESĂTURILOR ȘI
PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTEIA**

(57) **Rezumat:** Compoziția pe bază de compus cationic cuaternar de amoniu, sub formă de particule uscate prin pulverizare, cu curgere liberă, dispersabilă în apă, destinată emolierii țesăturilor în procesele de spălare și clătire în mașinile de spălat, conține : (a) 5...40% în greutate compus cationic cuaternar de amo-

niu pentru emoliere; (b) 0,5 ... 15% în greutate agent activ de suprafață anionic sau neionic; (c) 45...85% în greutate uree; (d) eventual 1...10% în greutate o alcanolamidă de acid gras, restul fiind apă. Invenția se mai referă și la procedeul de obținere, prin uscare prin pulverizare, a compoziției.

Revendicări: 9

RO 111858 B1



Prezenta invenție se referă la o compoziție sub formă de particule concentrate uscate prin pulverizare, cu curgere liberă, pentru emolierea țesăturilor, care este ușor dispersabilă în apă și la un procedeu de obținere a acesteia prin uscare prin pulverizare.

Mai specific, prezenta invenție se referă la o compoziție eficientă de emoliere a țesăturilor într-o formă adecvată pentru utilizare, care să conțină un procent relativ mare de agent cationic de emoliere a țesăturii și care să poată fi ambalată și transportată economic.

Compozițiile de emoliere sau condiționare a țesăturilor folosite în mașinile de spălat din gospodării sunt mult comercializate în Statele Unite și Europa. În general, aceste compoziții se prezintă sub formă de lichide apoase care conțin ca principal ingredient activ un compus cationic cuaternar de amoniu pentru a conferi un efect de emoliere țesăturilor tratate cu ele în baia de spălare. De obicei acești agenți de emoliere a țesăturilor (denumirea obișnuită pentru astfel de compoziții de emoliere) conțin de la aproximativ 5 la 8% compus activ cationic de emoliere. Într-o mașină de spălat care conține aproximativ 65 l de apă, de obicei se adaugă circa 90 g emolient lichid pentru țesături cu 6% ingredient activ la ciclul de clătire pentru a realiza un grad de emoliere acceptabil.

Emolienții lichizi pentru țesături prezintă însă anumite dezavantaje inerente. Cantitatea de compus cationic activ cuaternar de amoniu care poate fi introdus într-un sistem apos este, în general, limitată de proprietățile de solubilitate ale compusului cuaternar și de stabilitatea și posibilitatea de turnare a produsului final. Compozițiile cunoscute de emoliere a țesăturilor adăugate la clătire conțin compuși cuaternari de amoniu, de obicei având două catene lungi alchil, care sunt practic materiale insolubile în apă. De aceea, compozițiile de emoliere se prezintă în mod normal sub formă de dispersie sau emulsie apoasă. În consecință, la concentrații mai mari ale compusului activ cationic de

emoliere, care sunt, în general, peste aproximativ 6% în greutate, apar probleme legate de condiționarea produsului, de stabilitatea lui (adică separarea produsului), de formarea de gel și de capacitatea de dispersare în apă. La concentrații peste aproximativ 9% în greutate ale compuşilor cuaternari de amoniu, viscozitatea și stabilitatea emolientului lichid apos sunt adesea inacceptabile pentru scopuri comerciale.

De asemenea, există dezavantaje economice legate de comercializarea emolienților lichizi pentru țesături. Acestea sunt legate în primul rând de cheltuielile mari cu ambalarea și transportul sticlelor cu un produs lichid apos diluat care conține o proporție relativ mică de ingredient de emoliere activ. Ambalarea pune, de asemenea, o problemă din punct de vedere al mediului înconjurător. Fabricarea și livrarea de containere din material plastic, care se utilizează de obicei pentru produsele lichide destinate gospodăriei este adeseori incompatibilă cu cerințele consumatorului legate de folosirea materialelor de ambalaj reciclabile care sunt ușor biodegradabile. În consecință apare necesitatea în acest domeniu de a avea o compoziție de emoliere a țesăturilor în formă de particule care să poată conține concentrații relativ mari de ingrediente active de suplare și să fie livrată într-o formă de ambalare economică.

În literatura de brevete sunt descrise compoziții de emoliere a țesăturilor sub formă de pulberi. În brevetul US nr.2940816 este descris un emolient pulverulent pentru țesături format dintr-un compus cuaternar de amoniu definit asociat cu uree. În brevetul US nr.3256180 se descrie un procedeu pentru producerea unui emolient pentru țesături care constă în reacționarea ureei cu un compus cuaternar de amoniu în prezența apei, pentru a forma un produs granulat. Brevetele US nr. 3356526 și 3573091 prezintă un procedeu pentru prepararea unui emolient pulverulent cuaternar în care o soluție a unui compus cuaternar

de amoniu se pulverizează pe un suport sub formă de particule, cum sunt ureea sau tripolifosfatul de sodiu, astfel, încât să se obțină particule de suport care au un înveliș de emolient.

Brevetul US nr.442 7558 descrie particule de emolierie a țesăturilor alcătuite dintr-un compus cuaternar de amoniu, uree și un săpun de calciu, cum este săpunul de calciu de grăsime animală. Procedul de preparare constă în formarea unui amestec lichid din componentele dorite, răcirea lichidului pentru a se obține un solid și apoi măcinarea pentru a forma particule. Înaintea măcinării, solidul este "adaptat la mediu" timp de câteva ore, termenul "adaptat la mediu" fiind folosit pentru a descrie procedeul prin care conținutul de apă al particulelor este lăsat să atingă echilibrul cu mediul ambiant. Particulele se mai pot forma, conform invenției, prin "răcire cu pulverizare" a unui amestec lichid prin care se formează un solid fără a fi însoțit de pierdere de apă. Solidul obținut este apoi mărunțit și adaptat la mediu.

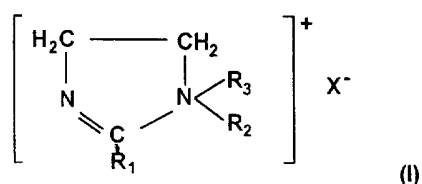
În cererera de brevet european EP-01315 se descrie un procedeu în care particulele topite ale unui compus cuaternar de amoniu și un inhibitor de dispersie cum este un alcool gras sau un acid gras se depun pe granule de detergent bazic uscate prin pulverizare, care conțin agent activ de suprafață de formare. Se intenționează în acest brevet precum și în altele din literatură, să se evite dispersarea compusului cationic de emolierie în apa de spălare pentru a împiedica dezactivarea sa în soluția de spălare. În acele brevete unde s-a încercat să se realizeze un compus cuaternar de amoniu sub formă de pulbere ușor dispersabilă în apă rece, mai ales preconizat pentru aplicațiile în ciclul de clătire, această capacitate de dispersare a rămas o problemă, în special, la concentrații mai mari ale compuşilor cuaternari.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție este aceea de a stabili raportul optim între componentele unei compoziții de emo-

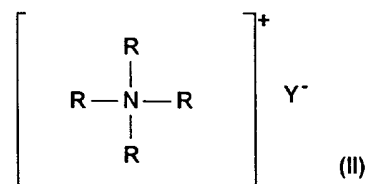
liere care să fie condiționată sub formă de pulbere obținută printr-un procedeu de uscare prin pulverizare.

Compoziția sub formă de pulbere cu curgere liberă, pentru emolieria țesăturilor, pe bază de compus cationic cuaternar de amoniu, elimină dezavantajele compozițiilor cunoscute din stadiul tehnicii prin aceea că este alcătuită din:

a) 5...40% în greutate un compus cationic cuaternar de amoniu ca emolient, ales dintre săruri de imidazolinu cu structura generală I:

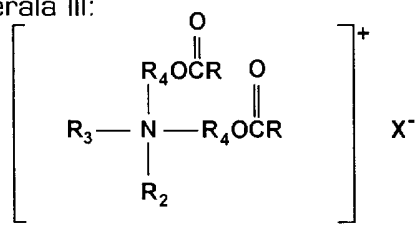


în care, R_1 este un radical alifatic C_8 la C_{30} și, de preferință, alchil sau alchenil C_{14} la C_{18} ; R_2 și R_3 independent unul de altul, pot fi oricare din R_1 sau, de preferință, alchil inferior sau alchil cu C_1 la C_4 substituit, cum sunt haloalchil, hidroalchil, acilaminoalchil și altele; X este un anion de solubilizare în apă cum ar fi, ionii de clorură, bromură, iodură, fluorură, sulfat, metasulfat, azotit, azotat, fosfat și carboxilat; săruri cuaternare de amoniu cu două catene lungi alchil, cu structură generală II:



în care, grupele R sunt alese dintre grupele alifactice C_1 la C_{30} , de preferință, alchil sau alchenil, aril, aralchil, precum și halo-, amido-, hidroxi- și carboxisubstituenții acestora cum ar fi haloalchil cu 2...6 atomi de carbon și hidroalchil cu 2...6 atomi de carbon cu condiția ca cel puțin 2 radicali R să fie C_{12} la C_{30} , preferabil C_{12} la C_{22} și ceilalți să fie alchil inferior, mai preferabil este ca cel puțin 2 radicali R să fie C_{12} la C_{18} și ceilalți să fie alchil inferior C_1 la C_4 și cel mai preferabil metil sau etil, iar Y este un anion așa cum s-a definit X în formula I:

și săruri cuaternare de amoniu de acizi grași cu catenă lungă diesterificați având două grupe alchil inferioare cu formula generală III:

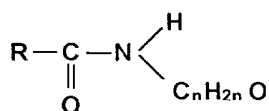


în care, RCO reprezintă restul unui acid gras având 12 la 24 atomi de carbon; R₂ și R₃ reprezintă independent unul de altul o grupă alchil inferioară sau o grupă hidroxi alchil având 1...4 atomi de carbon, de preferință 1...3 atomi de carbon; R₄ reprezintă o grupă alchilen inferioară având 1...4 atomi de carbon, de preferință 1...3 atomi de carbon, cel mai preferabil având 2 atomi de carbon, adică R₄ este -CH₂-CH₂-, iar X este un anion de solubilizare în apă, așa cum s-a definit mai sus;

b) 0,5...15% în greutate dintr-un agent activ de suprafață anionic sulfonat sau sulfat cu 8...26 atomi de carbon sau neionic cum ar fi alcoolii grași etoxilați cu 12...20 atomi de carbon și cu grad mediu de etoxilare de 3 la 9, cu rolul de îmbunătățire a solubilității și dispersabilității particulelor;

c) 45...85% în greutate uree,

d) eventual 1...10% în greutate o alcanolamidă de acid gras cu formula generală IV:



(IV)

în care, *n* este 2 sau 3 și restul apă.

În diverse variante de realizare a compoziției alcanolamida este cocomonolamidă; compoziția conține 1...8% agent activ de suprafață anionic și 10...40% compus emolient cationic sau procentul de agent activ de suprafață anionic variază cu procentul de compus emolient cationic astfel : 1...4% agent

activ de suprafață anionic când procentul de compus emolient cationic este sub 20% și 3...8% agent activ de suprafață anionic când procentul de compus emolient cationic este 20...40%, procentele fiind date în greutate.

Agentul activ de suprafață poate fi dodecilbensensulfonat.

În alte variante de realizare, compoziția conține aproximativ 2% în greutate agent de suprafață neionic care este alcool, lauril etoxilat, iar compusul emolient cationic este clorura de distearil-dimetilamoniu.

Procedeul de obținere prin uscare prin pulverizare a compoziției de emolierie care face obiectul invenției constă în aceea că nămolul format prin introducerea treptată în apă a componentelor la temperatura de 20...70°C, de preferință 25...40°C, este agitat până la omogenizare timp de 5 min...1 h într-un agitator cu ancoră, pasta rezultată este trecută într-un omogenizator pentru continuarea amestecării până la obținerea unei dispersii cu dimensiunea medie a particulelor mai mică de 1,0 μ care este supusă uscării prin pulverizare în mod cunoscut.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- permite obținerea unor compoziții destinate emolierii țesăturilor, cu o concentrație mare, de până la aproximativ 40% compus cationic de emolierie în combinație cu un agent activ de suprafață care, prin condiționarea sub formă de pulbere cu curgere liberă sunt ușor dispersabile în apă, chiar în apă rece și realizează o emolierie eficientă;

- permite obținerea unei compoziții mult mai concentrate decât agenții de emolierie lichizi cunoscuți, folosiți în fazele de clătire în mașinile de spălat;

- realizează economii de ambalaje și nu ridică probleme legate de poluare a mediului ambiant;

- utilizează în mare parte instalațiile și tehnologiile cunoscute referitoare la producerea de compoziții detergente sub formă de particule.

Se dă, în continuare, un exemplu

concret de realizare a invenției.

Se prepară o compoziție granulată pentru suplarea țesăturilor, con-

form invenției, care are următoarea componentă :

Componenta	Procentul în greutate
DSDMAC ¹	24
Agent activ de suprafață neionic ²	2
Dodecilbensensulfonat de sodiu	3
Coco-monoetanolamidă	3
Uree	64
Apă	restul

¹ clorură de distearil-dimetilamoniu

² alcool laurilic etoxilat având aproximativ 7 moli etoxilat per mol de alcool

10,5 g din compoziția de suplare menționată mai sus se adaugă într-o mașină de spălat încărcată pe la partea superioară în ciclul de clătire, la o temperatură a apei de 25°C și o duritate a apei de 100 și 320 ppm. Timpul de dispersabilitate al produsului granulat în apă este de aproximativ 1,5 min.

Suplețea și caracterul hidrofil al țesăturilor obținute se măsoară și se compară cu suplețea măsurată pentru țesăturile condiționate în aceeași mașină de spălat cu încărcare pe la partea superioară cu 42 g de compoziție lichidă de suplare a țesăturilor din comerț, care conține 6% agent de suplare cuaternar de amoniu. Țesăturile condiționate cu compoziția granulată de suplare, conform prezentei invenții, sunt măsurabil mai suple și egale în ceea ce privește proprietățile hidrofilicitate cu cele condiționate cu produsul comercial lichid.

O caracteristică esențială a compoziției, conform invenției, este că particulele uscate prin pulverizare uniforme se formează prin utilizarea unei etape de amestecare înainte de uscarea prin pulverizare a nămolului cu fragmente solide, astfel, încât conținutul acestui nămol cu părți solide să se disperseze bine și să formeze un amestec sau o dispersie care să aibe o mărime medie a particulelor mai mică de aproximativ 1,0 μm. Amestecuri uniforme de acest fel se pot realiza cu diferite tipuri de amestecătoare, mori sau pompe cunoscute în acest domeniu, dar se folosește așa-

numitul "omogenizator" de tipul Gaulin Homogenizer al firmei Gaulin Corporation of Everett, Massachusetts, SUA sau Hilversum, Olanda, care în principal constă dintr-o pompă de refulare la care se atașează un ansamblu de robinete de omogenizare, capabile să producă un amestec intim având mărimea medie a diametrului particulei sub 1,0 μm, mai preferabil sub aproximativ 0,75 μm. Dimensiunea maximă a particulelor preferată în aceste amestecuri este sub aproximativ 5,0 μm și mai preferabil sub circa 3,0 μm. În general, un nămol apos cu fragmente solide se formează între apă și o parte sau majoritatea ingredientelor unei compoziții de suplare (emoliere) a țesăturilor. Conținutul de solide al acestui amestec sub formă de nămol este, în general, de aproximativ 20%...70%, de preferință 30% ...60%, mai preferabil de 40%...50%, restul fiind apă. Nămolul cu fragmente solide este apoi atomizat prin pomparea sa într-o duză de atomizare la o presiune de circa 1000...2000 psi într-un turn de uscare prin pulverizare, dimensiunile clasice ale turnului din comerț fiind de circa 10,675...30,5 m înălțime și circa 3,66...9,15 m diametru. La baza turnului se introduce aer la o temperatură de aproximativ 148,8...537,8°C care contactează nămolul atomizat producând un gaz fierbinte de uscare pentru picăturile de nămol, astfel evaporând majoritatea apei. Particulele sau biluțele obținute se colectează la fundul turnului,

umiditatea și aerul încălzit ies pe la vârf. Ingredientele sensibile la căldură sau apă, cum este parfumul, se adaugă ulterior particulelor din turn într-o operație de amestecare sau asociere ulterioară.

Nămolul cu fragmente solide se prepară, de preferință, prin adăugarea treptată a diferitelor componente în așa fel, încât, să se obțină un nămol miscibil și ușor de pompat pentru operația de uscare prin pulverizare. Ordinea de adăugare a diferitelor componente poate varia, în funcție de împrejurări. De obicei, este de preferat ca toată apa, sau aproape toată, să se adauge mai întâi în vasul cu agitator ancoră, de preferință, cam la temperatura de prelucrare, după care se adaugă celelalte componente pe rând și anume ureea, compusul cuaternar de amoniu pentru suplare, agenții activi de suprafață anionic și/sau neionic, alcanolamida de acid gras și eventual adjuvanți, cum sunt pigmenti, antioxidanți și germicide.

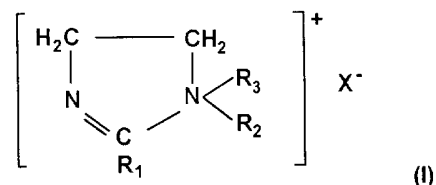
Temperatura mediului apos în vasul cu agitator ancoră, de obicei este în jurul temperaturii camerei sau mai ridicată, de obicei fiind de 20...70°C, mai preferabil de aproximativ 25...40°C.

Timpii de amestecare cu agitatorul ancoră pentru a obține nămoluri omogene minuțios amestecate pot varia mult, de la numai 5 min în vase cu agitator ancoră mici și pentru nămoluri cu conținut mare de apă până la 1 h, în unele cazuri, deși limita superioară preferabilă este de 30 min. După amestecarea în vasul cu agitator ancoră, nămolul este transferat pentru continuarea amestecării într-un "omogenizator" sau mixer similar sau pompă pentru a obține dispersia sau amestecul uniform descrise mai sus, care au particule cu mărimea medie de sub aproximativ 1,0 μ.

Dispersia rezultată este apoi transferată în mod obișnuit la un turn de uscare prin pulverizare, amplasat aproape de vasul cu agitator ancoră. Dispersia este împinsă cu presiune mare prin duze de pulverizare în turnul de

pulverizare (în contracurent sau echicurent), unde picăturile de nămol cad printr-un gaz fierbinte de uscare formând particule sau biluțe de compoziție pentru suplarea țesăturilor în timp ce se evaporă majoritatea apei. Conținutul de umiditate al particulelor este de preferință, circa 2 la 4% în greutate.

Compușii cationici cuaternari de amoniu pentru emoliere, conform prezentei invenții, sunt sărurile de imidazolinu, sărurile cuaternare de amoniu cu două catene lungi alchil și sărurile cuaternare de amoniu de acizi grași cu catenă lungă diesterificați având două grupe alchil inferioare. Structura generală a sărurilor de imidazolidiniu preferate, este următoarea:



în care, R₁ este un radical alifatic C₈ la C₃₀ și de preferință alchil sau alchenil C₁₄ la C₁₈;

R₂ și R₃ independent unul de altul pot fi oricare din R₁ sau de preferință, alchil inferior sau alchil cu C₁ la C₄ substituit, cum sunt haloalchil, hidroxi-alchil, acilaminoalchil și altele;

X este un anion de solubilizare în apă cum ar fi: ionii de clorură, bromură, iodură, fluorură, sulfat, metosulfat, azotit, azotat, fosfat și carboxilat, de exemplu, acetat, adipat, ftalat, benzoat, oleat, etc.

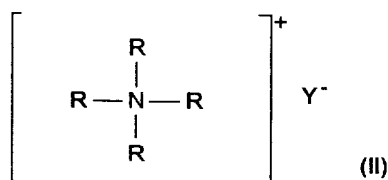
Compușii de imidazolinu tipici pentru suplarea țesăturilor sunt:

- Etosulfat de 2-heptadecil-1-metil-1-oleilamidoetilimidazolinu;
- Sulfat de 2-heptadecil-1-metil-1-(2-steroilamido)etilimidazolinu;
- Clorura de 2-heptadecil-1-metil-1-(2-stearoilamido)-etilimidazolinu;
- Clorura de 2-coco-1-(2-hidroxi-etil)-1-benzilimidazolinu ("coco" fiind radical de ulei de cocos);
- Clorura de 2-coco-1-(hidroxi-etil)-1-(4-clorbutil)-imidazolinu;

11

- Clorura de 2-coco-1-(2-hidroxi-
etil)-1-octadecenilimidazolinu;
- Clorura de 2-taloil-1-(2-hidroxi-
etil)-1-(4-clorbutil)-imidazolinu, ("taloil"
fiind un radical provenit din uleiul de tal);
- Clorura de 2-taloil-1-(2-hidroxi-
etil)-1-benzilimidazolinu;
- Clorura de 2-heptadecenil-1-(2-
hidroxietil)-1-(4-clorbutil)-imidazolinu;
- Clorura de 2-heptadecenil-1-(2-
hidroxietil)-1-benzilimidazolinu;
- Etilsulfatul de 2-heptadecil-1-(2-
hidroxietil)-1-octadecilimidazolinu.

Structura generală a sărurilor
cuaternare de amoniu de două catene
lungi alchil este următoarea :



În care, grupele R sunt alese dintre
grupele alifatiche C₁ la C₃₀, de preferință,
alchil sau alchenil; aril, de exemplu, fenil,
tolil, cumil, etc.; aralchil, de exemplu,
benzil, fenetil, metilbenzil, etc.; precum
și halo-, amido-, hidroxi- și carboxi-sub-
stituenții acestora, cum ar fi haloalchil cu
2...6 atomi de carbon, de exemplu, 2-
cloretil și hidroxi-alchil cu 2...6 atomi de
carbon, de exemplu, 2-hidroxietil; cu
condiția ca cel puțin 2 radicali R să fie
C₁₂ la C₃₀, preferabil C₁₂ la C₂₂ și ceilalți
să fie alchil inferior, mai preferabil este
ca cel puțin 2 radicali R să fie C₁₂ la C₁₈
și ceilalți să fie alchil inferior C₁ la C₄ și
cel mai preferabil metil sau etil, iar Y
este un anion așa cum s-a definit X în
formula I.

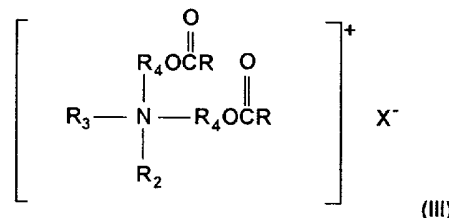
Săruri cuaternare de amoniu
tipice cu formula II sunt următoarele:

- Clorura de distearil-dimetilamo-
niu
- Clorura de di(radical din grăsime
animală)-dimetilamoniu;
- Clorura de dihexadecil-dimetila-
moniu;
- Bromura de distearil-dimetil-
amoniu;
- Bromura de di(radical din
grăsime animală hidrogenată)-dimetil-
amoniu;

12

- Clorura de distearil-diizopro-
pilamoniu;
- Metosulfatul de distearil-dimetil-
amoniu;
- Metosulfatul de di(radical din
grăsime animală hidrogenată)-dimetil-
amoniu.

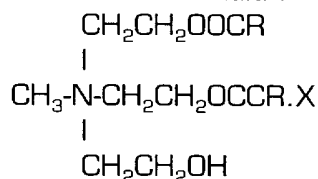
O altă clasă preferată de emolienți
cationici pentru țesături sunt sărurile
cuaternare de amoniu cu doi radicali
alchil inferior și doi radicali de ester de
acid gras cu catenă lungă și sărurile
cuaternare de amoniu cu doi radicali de
ester gras cu catenă lungă, un radical
alchil inferior și un radical hidroxi-alchil
inferior. Această clasă de emolienți cati-
onici pentru țesături poate fi repre-
zentată prin formula generală III:



În care, RCO reprezintă restul unui acid
gras având de la aproximativ 12 la 24
atomi de carbon:

R₂ și R₃ reprezintă independent
unul de altul o grupă alchil inferioară sau
o grupă hidroxi-alchil având 1...4 atomi
de carbon, de preferință 1...3 atomi de
carbon;

R₄ reprezintă o grupă alchilen
inferioară având 1...4 atomi de carbon,
de preferință 1...3, cel mai preferabil
având 2 atomi de carbon, adică R₄ este
-CH₂-CH₂-, iar X este un anion de
solubilizare în apă așa cum s-a definit
mai sus. Acești compuși se găsesc în
comerț, de exemplu, de la Stepan
Chemical Co. sub numele Stepantex
marcă comercială, cum este Stepantex
VHR 90 care are formula :



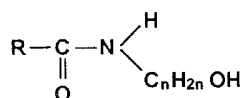
la care, RCO este derivat de la acizii
grași din nuca de cocos sau din grăsi-
mea animală și X poate fi ion de clorură
sau sulfat.

Compusul cuaternar de amoniu pentru emoliere reprezintă aproximativ 5...40% în greutate din compoziția de emoliere sub formă de particule, de preferință, aproximativ 10...30%, cel mai preferabil aproximativ 15...25% în greutate.

Un ingredient folosit eventual la suplarea țesăturilor este un alcool gras în care grupa hidrofobă poate fi o grupă alchil sau alchenil cu catenă liniară sau ramificată care are de la aproximativ 10 la 24, de preferință de la aproximativ 10 la 20 și preferat în mod special de la aproximativ 12 la 20 atomi de carbon. Ca exemple specifice din acești alcooli grași sunt: decanolul, dodecanolul, tetradecanolul, pentadecanolul, hexadecanolul, octadecanolul, alcoolul laurilic, alcoolul palmitic, alcoolul stearilic, alcoolul oleilic și amestecuri ale lor. În plus, alcoolul gras poate fi de origine naturală sau sintetică și poate include, de exemplu, un amestec de alcooli cum sunt alcoolii C₁₆ la C₁₈ preparați prin polimerizarea Ziegler a etilenei.

Alcoolul gras este prezent în compoziție într-o cantitate mică raportat la emolientul cationic pentru țesături, astfel, încât raportul în greutate între emolientul cationic pentru țesături și alcoolul gras este cuprins în intervalul de la aproximativ 6:1 la 2:1, preferabil, în special, aproximativ 5:1 la 3:1.

Alcanolamidele de acizi grași utilizate, în prezenta invenției, sunt cele derivate de la amidele de acizi grași ale căror radicali alchil conțin cel puțin 12 atomi de carbon. Preferabil ele au formula generală IV:



(IV)

în care, n este 2 sau 3. Un material preferat este cocomonoetanolamida.

Concentrația de alcanolamidă de acid gras în compoziția de suplare este în general de la aproximativ 1 la 10% în greutate, preferabil de la 1 la 5% în

greutate. Combinația de alcanolamidă de acid gras și compus cuaternar de amoniu pentru emoliere conform prezentei invenții asigură o suplare superioară a țesăturilor.

O componentă esențială a compoziției de suplare a țesăturilor este ureea. Particulele conțin în general aproximativ 45...85% în greutate uree, de preferință aproximativ 55...75% și cel mai preferabil aproximativ 60...70% în greutate uree.

Un alt ingredient important pentru scopurile de îmbunătățire a solubilității și a dispersabilității particulelor este un agent activ de suprafață anionic și/sau neionic. Printre agenții activi de suprafață anionici utili în prezenta invenție sunt acei compuși activi de suprafață care conțin o grupă hidrofobă organică având de la aproximativ 8 la 26 atomi de carbon și de preferință de la aproximativ 10 la 18 atomi de carbon în structura lor moleculară și cel puțin o grupă de solubilizare în apă aleasă din grupul constituit din ionii sulfonat, sulfat, carboxilat, fosforat și fosfat, astfel ca să formeze un detergent solubil în apă.

Ca exemple de detergenți anionici corespunzători sunt săpunurile, cum ar fi sărurile solubile în apă (de exemplu, sărurile de sodiu, potasiu, amoniu și alcanolamoniu) ale acizilor grași superiori sau săruri de rășini conținând de la aproximativ 8 la 20 atomi de carbon și preferabil 10 la 18 atomi de carbon. Deosebit de folositoare sunt sărurile de sodiu și potasiu ale amestecurilor de acizi grași derivate de la uleiul de nucă de cocos și de la grăsimea animală, de exemplu, săpunul de sodiu de la uleiul de nucă de cocos și săpunul de potasiu de la grăsimea animală.

Clasa de detergenți anionici mai cuprinde detergenți sulfatați și sulfonați solubili în apă care au un radical alifatic, de preferință alchil conținând de la aproximativ 8 la 26 și de preferință, de la aproximativ 12 la 22 atomi de carbon. Ca exemple de detergenți anionici sulfonați sunt sulfonații alchilaromatici

superiori cum ar fi alchilbenzensulfonații superiori conținând de la aproximativ 10 la 16 atomi de carbon în grupa alchil superioară într-o catenă lineară sau ramificată, ca de exemplu, sărurile de sodiu, potasiu și amoniu benzensulfonaților de alchil superior, toluensulfonaților de alchil superior, și fenolsulfonaților de alchil superior.

Alți detergenți anionici corespunzători sunt sulfonați de olefine printre care sulfonații de alchene cu catenă lungă, sulfonații de hidroxialcani cu catenă lungă sau amestecuri de sulfonați de alchene și sulfonați de hidroxialcani.

Alți detergenți anionici corespunzători sunt alcoolii grași superiori etoxilați sulfatați cu formula $RO(C_2H_4O)_mSO_3M$, în care R este un alchil gras având de la 10 la 18 atomi de carbon, m este de la 2 la 6 (de preferință având valoarea de la aproximativ 1/5 la 1/2 din numărul de atomi de carbon din R) și M este un cation care formează o sare de solubilizare, cum este un metal alcalin, amoniu, alchilamino inferior sau alcanolamino inferior, sau un benzen-sulfonat de alchil superior în care alchilul superior are de la 10 la 15 atomi de carbon. Proporția de etilenoxid din alcanolsulfatul superior polietoxilat este de preferință de 2 la 5 moli grupe de etilenoxid per mol de detergent anionic, trei moli fiind cel mai preferabil, în special, când alcanolul superior are 11 la 15 atomi de carbon. Un detergent alcoldsulfat polietoxilat preferat este comercializat de Shell Chemical Company ca Neodol 25-35.

Compușii detergenți anionici solubili în apă cei mai preferați sunt sărurile de amoniu și de amoniu substituit (cum sunt mono-, și- și trietanolamina), de metale alcaline (cum sunt sodiul și potasiul) și de metale alcalino-pământoase (cum sunt calciul și magneziul) ale benzensulfonaților de alchil superior, sulfonaților de olefine și sulfataților de alchil superior. Printre compușii anionici menționați mai sus, cei mai preferați sunt alchil liniar-benzensulfonații de sodiu

(LABS) și în special aceia în care grupa alchil este un radical alchil cu catenă liniară cu 12 sau 13 atomi de carbon.

Printre agenții activi de suprafață neionici corespunzători sunt alcoolii grași etoxilați având de la 12 la 20 atomi de carbon și un grad mediu de etoxilare de 3 la 9. Detergenții neionici preferați sunt alcoolii din uleiul de nucă de cocos având în medie 6 sau 7 grupe etoxi pe moleculă și alcoolii primari C_{14} - C_{16} cu 6 sau 7 grupe etoxi pe mol de alcool gras superior. Deosebit de preferat este alcoolul laurilic etoxilat având aproximativ 7 moli de etoxilat pe mol de alcool.

Alți compuși detergenți neionici utili sunt agenții activi de suprafață alchil-poliglicozide și alchilpolizaharide care sunt bine cunoscute.

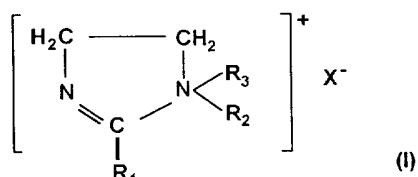
Cantitatea de agent activ de suprafață anionic în compoziția sub formă de particule variază până la 8%, de preferință variind în funcție de procentul de compus cationic de suplare după cum urmează: de la aproximativ 1 la 4% agent activ de suprafață anionic când procentul de compus cationic este sub aproximativ 20% și de la aproximativ 3 la 8% agent activ de suprafață anionic când procentul de compus cationic de suplare este de la aproximativ 20 la 40%, toate procente fiind în greutate din compoziția în formă de particule. În general, cantitatea de agent activ de suprafață este de la aproximativ 2 la 4% în greutate. Agentul activ de suprafață neionic este eventual prezent în proporție de la aproximativ 0,5 la 5% în greutate și de preferință nu mai mult de aproximativ 1% în greutate.

Compozițiile de emoliere a țesăturilor, conform invenției, mai pot conține și alte ingrediente adiționale sau suplimentare, care nu afectează negativ stabilitatea caracteristicilor lor funcționale. Printre aceste ingrediente suplimentare sunt parfumurile, coloranții, pigmentii, germicidele, agenții de desprindere a murdăriei, agenții de încrețire a țesăturilor, antioxidanții și agenții anticorozivi.

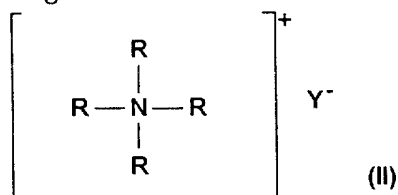
Revendicări

1. Compoziție sub formă de pulbere cu curgere liberă, pentru emolierarea țesăturilor pe bază de compus cationic cuaternar de amoniu, **caracterizată prin aceea că**, conține:

a) 5...40% în greutate un compus cationic cuaternar de amoniu ca emolient, ales dintre săruri de imidazolinii cu structura generală I:

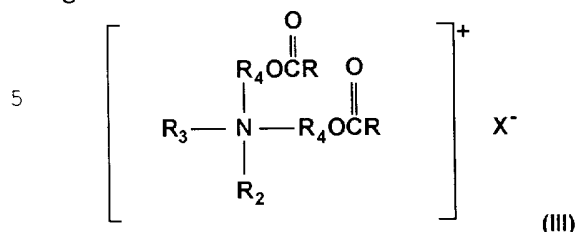


în care, R_1 este un radical alifatic C_8 la C_{30} și de preferință alchil sau alchenil C_{14} la C_{18} ; R_2 și R_3 independent unul de altul pot fi oricare din R_1 sau de preferință, alchil inferior sau alchil cu C_1 la C_4 substituit, cum sunt haloalchil, hidroalchil, acilaminoalchil și altele; X este un anion de solubilizare în apă cum ar fi: ionii de clorură, bromură, iodură, fluorură, sulfat, metasulfat, azotit, azotat, fosfat și carboxilat; săruri cuaternare de amoniu cu două catene lungi alchil, cu structură generală II:



în care, grupele R sunt alese dintre grupele alifactice C_1 la C_{30} , de preferință, alchil sau alchenil, aril, aralchil, precum și halo-, amido-, hidroxi- și carboxi-substituenții acestora cum ar fi haloalchil cu 2...6 atomi de carbon și hidroalchil cu 2...6 atomi de carbon cu condiția ca cel puțin 2 radicali R să fie C_{12} la C_{30} , preferabil C_{12} la C_{22} și ceilalți să fie alchil inferior, mai preferabil este ca cel puțin 2 radicali R să fie C_{12} la C_{18} și ceilalți să fie alchil inferior C_1 la C_4 și cel mai preferabil metil sau etil, iar Y este un anion așa cum s-a definit X în formula I; și săruri cuaternare de amoniu de acizi grași cu catenă lungă diesterificați având

două grupe alchil inferioare cu formula generală III:

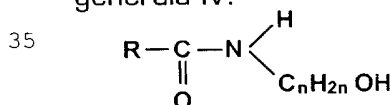


în care, RCO reprezintă restul unui acid gras având 12 la 24 atomi de carbon; R_2 și R_3 reprezintă independent unul de altul o grupă alchil inferioară sau o grupă hidroalchil având 1...4 atomi de carbon, de preferință 1...3 atomi de carbon; R_4 reprezintă o grupă alchil inferioară având 1...4 atomi de carbon, de preferință 1...3 atomi de carbon, cel mai preferabil având 2 atomi de carbon, adică R_4 este $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, iar X este un anion de solubilizare în apă așa cum s-a definit mai sus;

b) 0,5...15% în greutate dintr-un agent activ de suprafață anionic sulfonat sau sulfat cu 8...26 atomi de carbon sau neionic cum ar fi alcoolii grași etoxilați cu 12...20 atomi de carbon și cu grad mediu de etoxilare de 3 la 9, cu rolul de îmbunătățire a solubilității și dispersabilității particulelor,

c) 45...85% în greutate uree,

d) eventual 1...10% în greutate o alcanolamidă de acid gras cu formula generală IV:



în care, n este 2 sau 3 și restul apă.

2. Compoziție, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** alcanolamida este cocomonoetanolamidă.

3. Compoziție, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că**, conține 1...8% agent activ de suprafață anionic și 10...40% compus emolient cationic, procente fiind date în greutate.

4. Compoziție, conform revendicărilor 1-3, **caracterizată prin aceea**

că procentul de agent activ de suprafață anionic variază cu procentul de compus emolient cationic astfel : 1...4% agent activ de suprafață anionic când procentul de compus emolient cationic este sub 20% și 3...8% agent activ de suprafață anionic, când procentul de compus emolient cationic este 20...40%, procente fiind date în greutate.

5. Compoziție, conform revendicărilor 1-4, **caracterizată prin aceea că**, compusul activ de suprafață anionic este dodecilbensensulfonat.

6. Compoziție, conform revendicărilor 1, **caracterizată prin aceea că**, conține aproximativ 2% în greutate agent activ de suprafață neionic.

7. Compoziție, conform revendicărilor 1 - 6, **caracterizată prin aceea că** agentul activ de suprafață neionic este alcool lauril etoxilat.

8. Compoziție, conform revendicărilor 1, **caracterizată prin aceea că**, compusul emolient cationic este clorura de distearil-dimetilamoniu.

9. Procedeu de obținere prin uscare prin pulverizare a compoziției de emoliere, conform revendicărilor 1-8, sub formă de particule cu curgere liberă, **caracterizat prin aceea că**, nămolul format prin introducerea treptată în apă a componentelor la temperatura de 20...70°C, de preferință 25...40°C este agitat până la omogenizare timp de 5 min...1 h într-un agitator cu ancoră, pasta rezultată este trecută într-un omogenizator pentru continuarea amestecării până la obținerea unei dispersii cu dimensiunea medie a particulelor mai mică de 1,0 μ care este supusă uscării prin pulverizare în mod cunoscut.

Președintele Comisiei de Examinare: **ing. Petrescu Ioan Cristea**
Examinator: **ing. Ionescu Bucura**