

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

(21) **PI0616772-1 A2**

(22) Data de Depósito: 28/11/2006
(43) Data da Publicação: 28/06/2011
(RPI 2112)



★ B R P I O 6 1 6 7 7 2 A 2 ★

(51) *Int.Cl.:*
C11D 1/62 2006.01
C11D 3/20 2006.01
C11D 3/50 2006.01

(54) Título: **MÉTODO PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE CONDICIONAMENTO DE TECIDO**

(30) Prioridade Unionista: 05/01/2006 GB 0600144.0

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

(72) Inventor(es): David Stephen Grainger, Ian David Charlton, Jane Howard, Jeremy Robert Westwell, Richard Edward Bentley

(74) Procurador(es): Atem e Remer Asses. Consult. Prop. Int. LTDA

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006011474 de 28/11/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/076909 de 12/07/2007

(57) Resumo: MÉTODO PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE CONDICIONAMENTO DE TECIDO. Um método para produzir uma composição de condicionamento de tecido compreendendo fornecer: de 8 a 30% em peso de um material de amaciamento de amônio quaternário compreendendo uma mistura de componentes saturados ligados a mono-éster, di-éster e tri-éster, um agente complexante graxo selecionado de ácidos graxos e álcoois graxos em uma quantidade tal que o peso do material de amônio quaternário ligado a mono-éster para o agente complexante graxo é de 2,5:1 a 1:2 água, e perfume, a composição sendo livre de tensoativo não iônico e eletrólito adicionado, e submetendo a composição a etapa de alto cisalhamento e/ou moagem.

“MÉTODO PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE CONDICIONAMENTO DE TECIDO”

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção se refere a composições condicionadoras de tecido concentradas e em particular a composição condicionadora de tecido concentrada as quais têm viscosidade desejável sobre uma faixa de temperaturas.

FUNDAMENTO DA INVENÇÃO

10 É bem conhecido fornecer composições de condicionamento de tecido líquidas as quais amaciam no ciclo de enxágüe.

Tais composições compreendem menos que 7,5% em peso de ativo de amaciamento, que no caso a composição é definida como “diluída”, de 8% a cerca de 30% em peso do ativo que no caso as composições são definidas como “concentradas” ou mais que cerca de 30% em peso do ativo,
15 que no caso a composição é definida como “superconcentrada”.

Composições concentradas e superconcentradas são desejáveis já que essas requerem menos empacotamento e são, portanto, ambientalmente mais compatíveis do que composições diluídas ou semidiluídas.

Um problema freqüente associado com composições
20 concentradas e superconcentradas, conforme definidas acima, é que o produto não é estável, especialmente quando armazenado em altas temperaturas. Instabilidade pode se manifestar como um espessamento do produto sob armazenamento, mesmo no ponto que o produto não pode ser mais vertido.

O problema do espessamento sob armazenamento é
25 particularmente observado em composições de amaciamento de tecido concentradas e superconcentradas compreendendo um material de amaciamento de tecido de amônio quaternário ligado a éster tendo uma ou mais cadeias alquila totalmente saturadas.

Um outro problema conhecido que afeta composições

concentradas e superconcentradas e de amaciamento de tecido superconcentradas compreendendo um material de amaciamento de tecido de amônio quaternário ligado a éster tendo uma ou mais cadeias alquila totalmente saturadas é que a viscosidade inicial de uma composição
5 totalmente formulada pode ser muito alta, até um ponto que a composição não é substancialmente capaz de ser vertida.

Entretanto, é desejável usar compostos ligados a éster devido a sua biodegradabilidade inerente e usar substancialmente compostos de amaciamento de tecido de amônio quaternário totalmente saturados devido a
10 sua excelente capacidade de amaciamento e porque eles são mais estáveis à degradação oxidativa (a qual pode levar a geração de mau odor) do que compostos de amaciamento de amônio quaternário totalmente insaturados ou parcialmente saturados.

Dos tipos de materiais de amônio quaternário ligados a éster conhecidos, é desejável usar aqueles baseados em trietanol amônia o qual
15 produzir pelo menos algum componente ligado a mono-éster e pelo menos algum componente ligado a tri-éster já que a matéria-prima tem uma temperatura de fusão baixa a qual permite o processo de fabricação da composição ocorrer em baixas temperaturas. Isso reduz as dificuldades
20 associadas com manuseio em alta temperatura, transporte e processamento das matérias-primas e composições produzidas das mesmas.

O problema da alta viscosidade inicial e visco-estabilidade sob armazenamento têm previamente sido endereçado em vários meios.

Tentativas típicas de se obter produtos concentrados estáveis
25 com boa visco-estabilidade geralmente envolvem o uso de co-tensoativos não iônicos ou eletrólitos. Ambas tentativas levam à diluição do produto o qual permite produtos com nível ativo maior ser fabricados. Entretanto, ambas podem ser problemáticas em que se excesso de sal ou não iônico é usado, a estabilidade a longo prazo do produto pode ser pobre. Sal age para peneirar as

cargas eletrostáticas repulsivas entre as bicamadas e entre as partículas. Níveis baixos de sal podem ser benéficos, mas níveis altos podem levar a floculação da partícula e espessamento ao longo do tempo. Além disso, mesmo o uso de níveis baixos pode ser restritivo em termos de processamento

5 já que ele proíbe moagem em alto cisalhamento abaixo da temperatura de transição de fase e em termos de incluindo outros ingredientes benéficos já que os efeitos do sal e o ingrediente benéfico sob floculação podem ser aditivos. Tensoativo não iônico é tipicamente usado para reduzir o volume da fase através de mudanças na micro-estrutura. Ele muda a forma predominante

10 de lipossomas micronizado para discos ou fragmentos sub-micronizados. Entretanto, excesso de tensoativo não iônico pode levar à formulação de níveis significantes de micelas livres na fase contínua. Acredita-se que essas micelas consistem de tensoativo não iônico e componentes solubilizados de ativos quaternários, fornecendo as micelas e carga catiônica total. Acredita-se

15 que tais micro-estruturas então provocam espessamento via uma interação tipo depleção. Excesso de tensoativo não iônico pode também levar a produtos finos indesejáveis que tendem a separação sob armazenamento.

Além disso, dois outros aspectos são especialmente desejáveis para fabricação bem sucedida de tais condicionadores de tecido concentrados.

20 Primeiro, as formulações devem ser robustas para a faixa típica e níveis de componentes de perfume normalmente usados nas formulações condicionadoras de tecido. Condicionadores de tecido baseados em sebo quaternário endurecido típicos têm limites a seus níveis de perfume antes que instabilidades comecem a ocorrer. Não somente aquilo, mas historicamente

25 existe também um número de componentes de perfume que têm tido de ser removidos das composições de perfume porque eles impactam no comportamento de certos auxiliares da formulação não iônica (ver, por exemplo, o efeito que eugenol e linalol têm no ponto de nuvem de não iônicos etoxilados; Tokuoka et al., J. Coll e Int. Sci, Vo., 152 (nº2) p 402-409 (1992).

Em segundo lugar, deve haver um meio robusto de controlar viscosidade do produto através de técnicas de processamento convencionais tal como moagem. Uma das toas mais desejáveis pela a qual a viscosidade do produto é controlada é via moagem em alto cisalhamento ou em direção ao fim ou no fim do processo já que permite que operador tenha mais liberdade de adequar as especificações do produto. Isso, por sua vez, reduz a quantidade de produto fora da especificação que tem de ser re-trabalhada. Tipicamente essa tentativa não tem sido possível com produtos concentrados que não contêm tensoativo não iônico. Acredita-se isso seja porque moagem em baixa temperatura na ausência de tensoativo não iônico provoque a formação de fases lamelares contínuas altamente viscosas.

Então é desejável ter formulações robustas que:

- i) possam acomodar uma ampla faixa de materiais perfumados;
- ii) não necessitem ou sal ou não iônico para se obter as propriedades líquidas requeridas e
- iii) satisfazer os requerimentos da especificação simplesmente através de uma combinação da formulação e processamento.

Além disso, é também desejável usar ativos de amônio quaternário de éster totalmente saturado porque:

- i) eles são biodegradáveis e
- ii) eles não oxidam e então não descolorem, sofrem de mau odores oxidativos ou necessitam antioxidantes.

É conhecido empregar ácidos graxos e/ou álcoois graxos em composições condicionadoras de tecido compreendendo compostos de amônio quaternário ligados a éster (daqui em diante chamado éster quats).

U.S 4.844.823 revela níveis de quat:álcool graxo na faixa de 6,5:1 a 2,8:1.

WO 2003/22972 revela um método de preparar formulações

diluídas e concentradas baseadas em álcool graxo de éster quat com uma relação de monoéster quat (MEQ) para agente complexante graxo de 1:5 a 5:1 incluindo o perfume em ou acima da temperatura de transição de fase para fornecer melhor estabilidade. As composições preferivelmente contêm tensoativo não iônico e todos os exemplos contêm tensoativo não iônico.

WO 2003/22970 revela composições condicionadoras de tecido concentradas baseadas em éster quats em combinação com agente complexante graxo e tensoativo não iônico. A relação de MQ para agente complexante é 5:1 a 1:5.

WO 2003/22967 revela um método de diluir composições condicionadoras de tecido concentradas baseadas em éster quats via adição de um agente complexante graxo na relação de 2,93:1 a 1:5 (MEQ para agente complexante graxo).

WO 2003/057400 e WO 2004/61066 revelam composições compreendendo éster quats com agentes de espessamento de polímero. Todas as composições reveladas usaram éster quats insaturados os quais podem ser manipulados mais facilmente em formulações concentradas pelo uso de um eletrólito.

Tem sido revelado que composições condicionadoras de tecido concentradas as quais são robustas em processamento em alto cisalhamento/empacotamento, diferentes tipos e níveis de perfume possuem viscosidade desejável sobre uma faixa de temperaturas podem ser preparados de ingredientes específicos misturando sob alto cisalhamento ou por moagem.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

De acordo com a invenção é fornecido um método para produzir uma composição de condicionamento de tecido compreendendo fornecer:

de 8 a 30% em peso de um material de amaciamento de amônio quaternário compreendendo uma mistura de componentes saturados

ligados a mono-éster, di-éster e tri-éster,

um agente complexante graxo selecionado de ácidos graxos e álcoois graxos em uma quantidade tal que o peso do material de amônio quaternário ligado a mono-éster para o agente complexante graxo é de 2,5:1 a 1:2,

água, e

perfume,

a composição sendo livre de tensoativo não iônico e eletrólito adicionado,

e submetendo a composição à etapa de alto cisalhamento e/ou moagem.

Diferente das composições da técnica anterior a invenção não emprega tensoativos não iônicos ou eletrólito para controlar a viscosidade das composições de amaciamento de tecido. Em vez, a invenção permite que composição de condicionamento de tecido que compreende éster quats saturados seja preparada por moagem na presença de quantidades específicas de agente complexante graxo. As composições são tolerantes de uma ampla faixa de perfume em uma ampla faixa de peso.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

As composições da presente invenção são preferivelmente composições condicionadoras de enxágüe, mais preferivelmente composições condicionadoras de enxágüe aquosas para uso no ciclo de enxágüe de um processo de lavagem de roupa doméstico.

MATERIAL DE AMACIAMENTO DE TECIDO DE AMÔNIO QUATERNÁRIO

O material de condicionamento de tecido usado nas composições da presente invenção compreende um ou mais materiais de amônio quaternário compreendendo uma mistura de compostos saturados ligados a mono-éster, ligados a di-ésteres e tri-éster.

Por componentes ligados a mono-, di- e tri-éster, significa que o material de amaciamento de amônio quaternário compreende, respectivamente, um composto de amônio quaternário compreendendo uma única ligação de éster com uma cadeia alquila graxa ligado ao mesmo, um composto de amônio quaternário compreendendo duas ligações de éster cada da qual tem uma cadeia alquila graxa ligada ao mesmo, e um composto de amônio quaternário compreendendo três ligações de éster cada da qual tem uma cadeia alquila graxa ligada ao mesmo.

Abaixo é mostrado níveis típicos de componentes ligados a mono-, di- e tri-éster em um material de amaciamento de tecido usado nas composições da invenção.

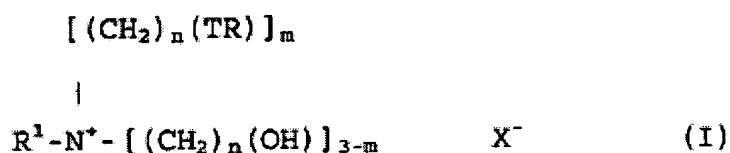
Componente	% em peso da matéria-prima (TEA baseado em amaciante com solvente)
Mono-éster	10-30
Di-éster	30-60
Tri-éster	10-30
Ácido graxo livre	0,2-1,0
Solvente	10-20

O nível do componente ligado a mono-éster do material de amônio quaternário usado nas composições da invenção está preferivelmente entre 8 e 40% em peso, baseado no peso total da matéria-prima no qual o material de amônio quaternário é fornecido.

Preferivelmente, o comprimento médio da cadeia do grupo alquila é pelo menos C₁₄, mais preferivelmente pelo menos C₁₆. Mais preferivelmente pelo menos metade das cadeias têm um comprimento de C₁₈.

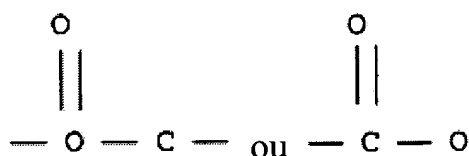
É geralmente preferido se as cadeias alquila sejam predominantemente lineares.

O material de amaciamento catiônico de amônio quaternário ligado a éster preferido para uso na invenção é representado pela fórmula (I):



segundo o qual cada R é independentemente selecionado de um grupo alquila C₅₋₃₅, R¹ representa um grupo alquila ou hidroxialquila C₁₋₄,

T é

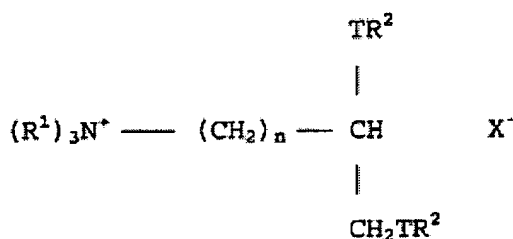


5 n é 0 ou um inteiro selecionado de 1 a 4, m é 1, 2 ou 3 e apresenta um número de porções para o qual ele se refere que pende diretamente do átomo de N, e X⁻ é um grupo aniônico, tais como haletos ou sulfatos de alquila, por exemplo, cloreto, sulfato de metila ou sulfato de etila.

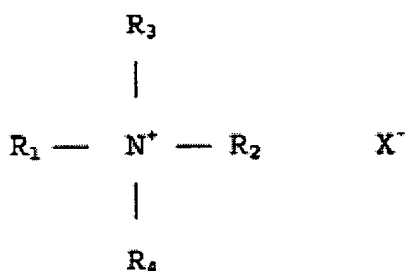
10 Materiais especialmente preferidos dentro dessa classe são ésteres de dialquila de sulfato de metil trietanol amônio. Um exemplo comercial de um composto dentro dessa fórmula é Tetranyl® AHT-1 (éster de seboil di-endurecido de sulfato de metil trietanol amônio 85% ativo).

COMPOSTOS DE AMÔNIO QUATERNÁRIO EXCLUÍDOS

15 Materiais de amaciamento de tecido de amônio quaternário os quais são livres de ligações de éster ou, se ligados a éster, não compreendem pelo menos algum componente mono-éster e algum componente tri-éster são excluídos do escopo da presente invenção. Por exemplo, compostos de amônio quaternário tendo a fórmula a seguir são excluídos:



segundos os quais R¹, R², T, n e X⁻ são como definidos acima; e



onde R_1 a R_4 não são interrompidos por ligações de éster, R_1 e R_2 são grupos alquenila ou alquila C_{8-28} ; R_3 e R_4 são grupos alquenila C_{2-4} ou alquila C_{1-4} e X^- é como definido acima.

AGENTE COMPLEXANTE GRAXO

5 As composições da presente invenção compreendem um agente complexante graxo.

Agentes complexantes graxos especialmente adequados incluem álcoois graxos e ácidos graxos. Desses, álcoois graxos são mais preferidos.

10 Ácidos graxos preferidos incluem ácido graxo de sebo endurecido (disponível sob a marca registrada Pristerene, de Uniquema).

Álcoois graxos preferidos incluem C_{16} - C_{18} linear endurecido.

O agente complexante graxo está presente em uma quantidade maior que 0,5% a 15% em peso baseado no peso total da composição. Mais preferivelmente, o componente graxo está presente em uma quantidade de 0,75 a 10%, ainda mais preferivelmente de 1,0 a 5%, por exemplo, 1,25 a 4% em peso.

A relação em peso do componente mono-éster do material de amaciamento de tecido de amônio quaternário para o agente complexante graxo é de 2,5 a 1:2.

CÁLCULO DO COMPONENTE LIGADO A MONO-ÉSTER DO MATERIAL DE AMÔNIO QUATERNÁRIO

A análise quantitativa do componente ligado a mono-éster do material de amônio quaternário é realizada através do uso de espectroscopia NMR de ^{13}C quantitativa com esquema de desacoplamento descontínuo inverso de 1H .

A amostra de massa conhecida da matéria-prima de amônio quaternário é primeiro dissolvida em um volume conhecido de $CDCl_3$ junto com uma quantidade conhecida de um material de teste tal como naftaleno.

Um espectro NMR de ^{13}C dessa solução é então registrado usando ambos o esquema de desacoplamento descontínuo inverso e um agente de relaxamento. O esquema de desacoplamento descontínuo inverso é usado para assegurar que quaisquer efeitos Overhauser sejam suprimidos enquanto que o agente de relaxamento é usado para assegurar que as conseqüências negativas dos tempos de relaxamento t_1 sejam superadas (isto é, sinal para barulho adequado pode ser obtido em uma escala de tempo razoável).

As intensidades do sinal de picos característicos de ambos os átomos de carbono no material de amônio quaternário e o naftaleno são usadas para calcular a concentração do componente ligado a mono-éster do material de amônio quaternário. No material de amônio quaternário, o sinal representa o carbono do grupo nitrogênio-metila no grupo de cabeça de amônio quaternário. A substituição química do grupo nitrogênio-metila varia levemente devido ao diferente grau de esterificação, substituições químicas características das ligações mono-, di- e tri-éster são 48,28, 47,97 e 47,76 ppm respectivamente. Qualquer dos picos devido aos carbonos de naftaleno que estão livres de interferência de outros componentes pode então ser usado para calcular a massa do componente ligado a mono-éster presente na amostra como se segue:

$$\text{Massa}_{\text{mq}} (\text{mg/ml}) = (\text{Massa}_{\text{naft}} \times I_{\text{mq}} \times N_{\text{naft}} \times M_{\text{mq}}) / (I_{\text{naft}} \times N_{\text{mq}} \times M_{\text{naft}})$$

onde Massa_{mq} = massa de material de material de amônio quaternário ligado a mono-éster em mg/ml, $\text{Massa}_{\text{naft}}$ = massa de naftaleno em mg/ml, I = intensidade do pico, N = número de núcleo contribuinte e M = massa molecular relativa. A massa molecular relativa de naftaleno usada é 128,17 e a massa molecular relativa do componente ligado a mono-éster do material de amônio quaternário é tida como 526.

A percentagem em peso do material de amônio quaternário ligado a mono-éster na matéria-prima pode desse modo ser calculada:

% de material de amônio quaternário ligado a mono-éster na matéria-

$$\text{prima} = (\text{Massa}_{\text{mq}} / \text{Massa}_{\text{HT-TEA}}) \times 100$$

onde $\text{Massa}_{\text{HT-TEA}}$ = massa do material de amônio quaternário e ambas Massa_{mq} e $\text{Massa}_{\text{HT-TEA}}$ são expressas como mg/ml.

Para uma discussão da técnica de NMR, ver “100 and More Basic NMR Experiments”, S Braun, H-O Kalinowski, S Berger, 1ª edição, páginas 234-236.

O tensoativo não iônico está preferivelmente presente em uma quantidade de 0,01 a 10%, mais preferivelmente 0,1 a 5%, ainda mais preferivelmente 0,35 a 3,5%, por exemplo, 0,5 a 2% em peso, baseado no peso total da composição.

10 **PERFUME**

As composições da invenção compreendem um ou mais perfumes.

O perfume está preferivelmente presente em uma quantidade de 0,01 a 10% em peso, mais preferivelmente 0,05 a 5% em peso, ainda mais preferivelmente 0,5 a 4,0% em peso, baseado no peso total da composição.

VEÍCULO LÍQUIDO

O veículo líquido empregado nas presentes composições é água devido a sua disponibilidade relativa de baixo custo, segurança, e compatibilidade ambiental. O nível de água no veículo líquido é mais que cerca de 50%, preferivelmente mais que cerca de 80%, mais preferivelmente mais que cerca de 85%, em peso do veículo. O nível de veículo líquido é maior que cerca de 50%, preferivelmente maior que cerca de 65%, mais preferivelmente maior que cerca de 70%. Misturas de água e um baixo peso molecular, por exemplo, < 100, solvente orgânico, por exemplo, um álcool menor tais como etanol, propano, isopropanol ou butanol são úteis como o líquido veicular. Álcoois de baixo peso molecular incluindo álcoois monoídricos, diídricos (glicol, etc), triídricos (glicerol, etc), e poliídricos (polióis) são também veículos adequados para uso nas composições da

presente invenção.

AMACIANTES CO-ATIVOS

Amaciantes co-ativos para o tensoativo catiônico podem também ser incorporados em uma quantidade de 0,01 a 20% em peso, mais preferivelmente 0,05 a 10%, baseado no peso total da composição. Amaciantes co-ativos preferidos incluem ésteres graxos, e N-óxidos graxos.

Ésteres graxos preferidos incluem mono-éster graxos, tal como monoestearato de glicerol. Se GMS está presente, então é preferido que o nível de GMS na composição, seja de 0,01 a 10% em peso, baseado no peso total da composição.

O amaciante co-ativo pode também compreender um derivado de açúcar oleoso. Derivados de açúcar oleoso adequados, seus métodos de fabricação e suas quantidades preferidas são descritos no WO-A1-01/46361 na página 5 linha 16 a página 11 linha 20, a revelação a qual é incorporada aqui.

AGENTES DE CONTROLE DE VISCOSIDADE POLIMÉRICA

É útil, embora não essencial, se as composições compreendam um ou mais agentes de controle de viscosidade polimérica. Agentes de controle de viscosidade polimérica adequados incluem polímeros catiônicos e não iônicos, tal como éteres de celulose hidrofobicamente modificados (por exemplo, Natrosol Plus, de Hercules), amidos cationicamente modificados (por exemplo, Softgel BDA e Softgel BD, ambos de Avebe). Um agente de controle de viscosidade particularmente preferido é um copolímero de metacrilato e acrilamida catiônica disponíveis sob a marca registrada Flosoft 200 (de SNF Floerger).

Polímeros catiônicos e/ou não iônicos estão preferivelmente preferidos em uma quantidade de 0,01 a 5% em peso, mais preferivelmente 0,02 a 4% em peso, baseado no peso total da composição.

OUTROS INGREDIENTES OPCIONAIS

Outros amaciantes não iônicos opcionais, bactericidas, agentes que liberam sujeira podem também ser incorporados nas composições da invenção.

5 As composições podem também conter um ou mais ingredientes opcionais convencionalmente incluídos nas composições de condicionamento de tecido tais como agentes de tamponamento de pH, veículos para perfume, agentes fluorescentes, colorantes, hidrótropos, agentes antiespumantes, agentes anti-redeposição, enzimas, agentes de
10 abrilhantamento óptico, agentes antiencurtamento, agentes antienrugamento, agentes antimancha, antioxidantes, protetores solares, agentes anticorrosão, agentes que conferem drapejo, agentes antistáticos, auxiliares para passar roupa e corantes.

FORMA DO PRODUTO

Em seu estado não diluído em temperatura ambiente o produto
15 compreende um líquido aquoso.

As composições são preferivelmente dispersões aquosas do material de amaciamento de amônio quaternário.

USO DO PRODUTO

A composição é preferivelmente usada no ciclo de enxágüe de
20 uma operação para lavar roupa têxtil doméstica, onde, ela pode ser adicionada diretamente em um estado não diluído para uma máquina de lavar, por exemplo, através de um compartimento de um dispensador ou, por uma máquina de lavar de carregamento pelo topo, diretamente no tambor. Alternativamente, ela pode ser diluída antes de usar. As composições podem
25 também ser usadas em uma operação de lavagem de roupa à mão doméstica.

É também possível, embora menos desejável, para as composições da presente invenção ser usadas em operações de lavagem de roupa industrial, por exemplo, como um agente de acabamento para amaciar novas roupas antes de vender aos consumidores.

PREPARAÇÃO

As composições da invenção podem ser preparadas de acordo com qualquer método adequado.

Em um primeiro método preferido, o material de amônio quaternário, agente complexante graxo, e opcionalmente perfume são aquecidos juntos até um co-fundido ser formada. Água é então aquecida e o co-fundido é adicionado à água com agitação e a composição submetida a alto cisalhamento, por exemplo, fundindo. Alternativamente, o perfume pode ser adicionado a quente após os ingredientes ativos terem sido adicionados ou pode ser adicionado em diferentes estágios de resfriamento após adição ativa.

EXEMPLOS

A invenção será agora ilustrada por meio de exemplos não limitativos. Outras modificações serão observadas para a pessoa versada na técnica.

Amostras da invenção são representadas por um número. Amostras comparativas são representadas por uma letra.

Todos valores são % em peso do ingrediente ativo a menos que estabelecido de outra forma.

EXEMPLO 1

As amostras registradas na tabela 1 a seguir foram preparadas:

Tabela 1

	A	1	B	C
Quaternário ¹	13,46	-	-	-
HTTEAQ	-	12,35	-	-
Quaternário 3 ³	-	-	12,35	-
Quaternário 4 ⁴	-	-	-	14,00
Álcool graxo ⁵	1,5	1,5	1,5	1,5
Perfume	1,32	1,32	1,32	1,32
Pequenas quantidades				
Água	até 100	até 100	até 100	até 100

1) cloreto de 1,2-bis[seboiloxi endurecido]-3-trimetilamônio propano. (ingrediente 78% ativo)

2) trietanolamina quaternária de sebo endurecido baseado na reação de aproximadamente 2 moles de ácido graxo de sebo endurecido com 1 mol de trietanolamina; a mistura de reação subsequente sendo quaternizada com dimetilsulfato (ingrediente 85% ativo). O material

quaternário contém aproximadamente 20% em peso de MEQ.

3) Cloreto de bis(2-seboiloxietil endurecido)dimetil amônio (ingrediente 85% ativo).

4) DHTDMAC ou cloreto de sebo di-endurecido de di-metil amônio (ingrediente 75% ativo).

5) Stenol 16-18L (de Cognis) e seu álcool C_{16} - C_{18} linear endurecido e é 100% ativo.

Todas amostras foram preparadas em um vaso de 3 kg com circuito de recirculação. O processo foi como se segue:

5 Água é aquecida no vaso para 70°C. Uma pré-mistura em fusão do ativo quaternário e álcool graxo foi adicionada durante 3 minutos e agitada continuamente por 4 minutos. Resfriamento por jaqueta para 45°C e então o perfume foi adicionado. Resfriamento para 31°C (ambiente). Uma porção de cada amostra foi removida do vaso sem qualquer moagem. O restante da amostra foi moído. O equivalente de um volume da batelada ou amostra foi moído via moinho Janke & Kunkel no circuito de recirculação.

10 A estabilidade da viscosidade de curto prazo das amostras é registrada nas tabelas 2 e 3 a seguir as quais mostram estabilidade em temperatura ambiente das amostras (todas viscosidades são medidas em uma taxa de cisalhamento de $106s^{-1}$ em um viscosímetro Haake RT20).

Tabela 2 – exemplo não moídos

Tempo/exemplo	Exemplo A	Exemplo 1	Exemplo B	Exemplo C
Inicial	670	185	420	Gel
1 dia	-	145	340	Gel
10 dias	780	140	290	Não medido
18 dias	830	140	270	Não medido

15 Os resultados das amostras não moídas claramente mostram os benefícios de HTTEAQ em que as viscosidades de base antes da moagem são muito menores do que aqueles de qualquer outro quaternário (na verdade exemplo C estava muito espesso para medir). Além disso, diferente daqueles do exemplo A eles permanecem estável durante os próximos 18 dias do teste.

20 Tabela 3 – amostras moídas

Tempo/exemplo	Exemplo A	Exemplo 1	Exemplo B	Exemplo C
Inicial	270	135	320	Gel
1 dia	-	95	265	Gel
10 dias	430	96	220	Não medido
18 dias	477	92	195	Não medido

Exemplo C estava ainda muito espesso para medir

demonstrando que moagem é incapaz de reduzir a viscosidade inicial do produto. Para exemplo A, B e 1 as viscosidades são reduzidas conforme uma função da moagem. Entretanto, está evidente que exemplo A é instável conforme a viscosidade começa a enxaguar novamente. Contrariamente, exemplo 1 de acordo com a invenção permanece estável pelo duração do teste.

EXEMPLOS 2 E 3

As amostras registradas na tabela 4 a seguir foram preparadas.

Tabela 4

	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	2	3
HTTEAQ	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	12,35	12,35	12,35	12,35	12,35	12,35
Álcool graxo	0,52	0,52	0,52	0,52	0,52	0,52	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Perfume	0	0,88	1,32	0	0,88	1,32	0	0,88	0,88	0	0,88	1,32
Pequenas quantidades (corante, conservante)												
Água	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100	até 100
Moagem a frio	Não	Não	Não	sim	sim	sim	Não	Não	Não	sim	sim	sim

O HTTEAQ e álcool graxo foram como usado nas amostras anteriores.

Os exemplos foram submetidos a moagem a frio como no exemplo 1.

A estabilidade em temperatura ambiente dos exemplos é registrada na tabela a seguir (todas viscosidades são medidas em uma taxa de cisalhamento de $106s^{-1}$ em um viscosímetro Haake RT20)

Tabela 5

Tempo/Amostra	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	2	3
Inicial	542	221	205	326	135	132	225	149	127	110	61	70
32 dias	590	210	224	382	104	132	360	157	121	89	74	69
67 dias	528	185	183	367	107	117	234	150	116	113	62	65
92 dias	548	180	176	371	105	113	238	142	111	108	63	64
206 dias	445	148	141	319	97	100	208	132	100	97	61	60

Como pode ser visto da tabela 5 moagem a frio reduz a viscosidade de todos os exemplos conforme esperado. Não existe enxágüe subsequente da viscosidade após qualquer comprimento de tempo até e além de 6 meses de armazenamento.

Exemplos da invenção exibem viscosidades finais inferiores e então requerem menos moagem e desse modo tempos de batelada mais curtos para se obter a viscosidade alvo.

Os resultados mostram que estabilidade das formulações não é dependente em qualquer forma do nível de perfume.

EXEMPLO 4

A formulação a seguir foi preparada:

12,35% de HTTEAQ

1,5% de álcool graxo

10 0,93% de perfume

Quantidades pequenas de conservante, corante, antiespumante

Água até 100%.

O HTTEAQ e álcool graxo eram como nos exemplos anteriores. A formulação foi preparada como no exemplo 1 e moída a frio. Amostras foram retiradas após moagem a frio de 0, 1BV, 2BV, e 2,5BV.

Viscosidade como uma função da moagem a frio (expressa em cps em ambos 20 e 106s⁻¹)

0BV 830/300

1BV 330/135

20 2BV 177/80

2,5BV 116/54

Os resultados mostram que a viscosidade do produto pode ser controlada através da moagem a frio. Além disso, ela mostra que não existe risco de floculação induzida por cisalhamento como uma função de moagem mais extensa demonstrando a excelente robustez da formulação básica.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido, caracterizado pelo fato de que compreende fornecer:

de 8 a 30% em peso de um material de amaciamento de amônio quaternário compreendendo uma mistura de componentes saturados ligados a mono-éster, di-éster e tri-éster,

um agente complexante graxo selecionado de ácidos graxos e álcoois graxos em uma quantidade tal que o peso do material de amônio quaternário ligado a mono-éster para o agente complexante graxo é de 2,5:1 a 1:2,

água, e

perfume,

a composição sendo livre de tensoativo não iônico e eletrólito adicionado,

e submetendo a composição a etapa de alto cisalhamento e/ou moagem.

2. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a composição é submetida a moagem a frio.

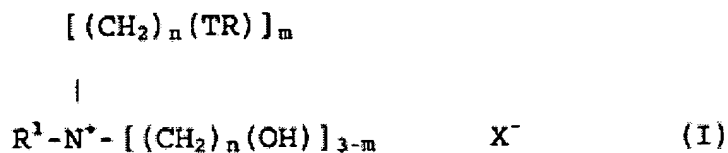
3. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a composição é submetida a moagem a frio de volumes de 1 a 2,5 bateladas.

4. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o agente complexante graxo é um álcool graxo.

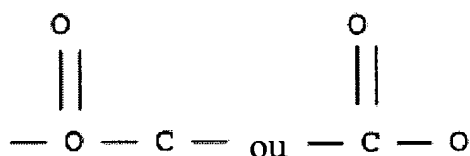
5. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o álcool graxo é álcool C₁₆-C₁₈ linear endurecido.

6. Método para produzir uma composição de condicionamento

de tecido de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o material de amaciamento de amônio quaternário tem a fórmula (I):



segundo o qual cada R é independentemente selecionado de um grupo alquila C₅₋₃₅, R¹ representa um grupo alquila ou hidroxialquila C₁₋₄, T é



n é 0 ou um inteiro selecionado de 1 a 4, m é 1, 2 ou 3 e apresenta um número de porções para o qual ele se refere que pende diretamente do átomo de N, e X⁻ é um grupo aniônico, tais como haletos ou sulfatos de alquila, por exemplo, cloreto, sulfato de metila ou sulfato de etila.

7. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o material de amaciamento de amônio quaternário é um sal de amônio quaternário de sebo endurecido de trietanolamina.

8. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o sal quaternário é baseado na relação de 2 moles de ácido graxo de sebo endurecido com 1 mol de trietanolamina seguida por quaternização.

9. Método para produzir uma composição de condicionamento de tecido de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o sal quaternário é conduzido com dimetilsulfato.

RESUMO

“MÉTODO PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE
CONDICIONAMENTO DE TECIDO”

Um método para produzir uma composição de
5 condicionamento de tecido compreendendo fornecer: de 8 a 30% em peso de
um material de amaciamento de amônio quaternário compreendendo uma
mistura de componentes saturados ligados a mono-éster, di-éster e tri-éster,
um agente complexante graxo selecionado de ácidos graxos e álcoois graxos
em uma quantidade tal que o peso do material de amônio quaternário ligado a
10 mono-éster para o agente complexante graxo é de 2,5:1 a 1:2 água, e perfume,
a composição sendo livre de tensoativo não iônico e eletrólito adicionado, e
submetendo a composição a etapa de alto cisalhamento e/ou moagem.