



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 268 151**

51 Int. Cl.:  
**C11D 1/645** (2006.01)  
**C11D 3/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02797950 .9**  
86 Fecha de presentación : **30.08.2002**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1425368**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **09.06.2004**

54 Título: **Procedimiento para reducir la viscosidad de composiciones de acondicionamiento de tejidos.**

30 Prioridad: **10.09.2001 GB 0121806**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.03.2007**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.03.2007**

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

72 Inventor/es: **Eyres, David R.;**  
**Grainger, David S.;**  
**Green, Andrew D.;**  
**Hubbard, John F.;**  
**Mohammadi, Mansur y**  
**Ormandy, Kevin A.**

74 Agente: **Carpintero López, Francisco**

ES 2 268 151 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para reducir la viscosidad de composiciones de acondicionamiento de tejidos.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para reducir la viscosidad de las composiciones acondicionadoras de productos textiles.

10 **Antecedentes de la invención**

El suministro en el ciclo de aclarado de composiciones líquidas acondicionadoras de productos textiles que suavizan es conocido.

15 Tales composiciones comprenden menos del 7,5% en peso de agente activo suavizante, en cuyo caso la composición se define como "diluida", del 7,5% al aproximadamente 30% en peso de agente activo, en cuyo caso las composiciones se definen como "concentradas", o más del aproximadamente 30% en peso de agente activo, en cuyo caso la composición se define como "super-concentrada".

20 Las composiciones concentradas y super-concentradas son deseables, pues requieren un menor embalaje y son, por tanto, más compatibles con el medio ambiente que las composiciones diluidas o semi-diluidas.

25 Un problema frecuentemente asociado con las composiciones concentradas y super-concentradas, como se definen anteriormente, es que el producto no es estable, especialmente cuando se almacena a temperaturas elevadas. La inestabilidad se puede manifestar como un espesamiento del producto al ser almacenado, incluso hasta el punto de que el producto ya no se pueda verter.

30 El problema del espesamiento en el almacenamiento es particularmente evidente en las composiciones suavizantes de productos textiles concentradas y super-concentradas que comprenden un material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario con enlaces tipo éster que tiene una o más cadenas alquilo completamente saturadas.

35 Otro problema que se sabe que afecta a las composiciones suavizantes de productos textiles concentradas y super-concentradas que comprenden un material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario con enlaces tipo éster que tiene una o más cadenas alquilo completamente saturadas es que la viscosidad inicial de una composición completamente formulada puede ser muy elevada, hasta el punto de que la composición sea sustancialmente no vertible.

40 Sin embargo, es deseable usar compuestos con enlaces tipo éster debido a su biodegradabilidad inherente, así como usar compuestos suavizantes de productos textiles de amonio cuaternario sustancialmente completamente saturados debido a sus excelentes capacidades de suavizado y porque son más estables ante la degradación oxidativa (que puede conducir a la generación de olores desagradables) que los compuestos suavizantes de amonio cuaternario parcialmente saturados o completamente insaturados.

45 De los tipos de materiales de amonio cuaternario con enlaces tipo éster conocidos, es deseable usar aquéllos que están basados en trietanolamina, que producen al menos algún componente enlazado tipo mono-éster y al menos algún componente enlazado tipo tri-éster, pues la materia prima tiene una temperatura de fusión baja que permite que el procedimiento de fabricación de la composición tenga lugar a temperaturas bajas. Esto reduce las dificultades asociadas con el tratamiento, el transporte y el procesamiento a altas temperaturas de la materia prima y las composiciones producidas a partir de la misma.

50 El problema de una viscosidad inicial elevada y visco-estabilidad en el almacenamiento ya ha sido previamente tratado de diversos modos.

55 Por ejemplo, el documento EP-A2-0415698 (Unilever) revela el uso de electrolitos, polielectrolitos o polímeros desacoplantes para reducir la viscosidad de composiciones suavizantes de productos textiles.

60 También se sabe que una entrada de energía tal como el molido o la cizalla del producto puede reducir la viscosidad del producto. Sin embargo, las composiciones producidas mediante este enfoque pueden sufrir una inestabilidad coloidal. Además, el molido o la cizalla de los productos en un procedimiento de fabricación a escala industrial requiere mucho tiempo y es caro.

65 El documento DE 2503026 (Hoechst) revela formulaciones que comprenden del 3-12% de un suavizante (una mezcla de compuestos que contienen grupos imidazolina de compuestos de amonio cuaternario sin enlaces tipo éster), 1-6% de un desinfectante catiónico, 0,1-5% de un alcohol inferior, 0,5-5% de un alcohol graso y 0-5% de un emulsionante no iónico.

El documento WO 99/50378 (Unilever) se refiere a composiciones que comprenden del 1 al 8% de un compuesto de amonio cuaternario, un agente estabilizador y un alcohol graso. El alcohol graso está presente con el fin de espesar

## ES 2 268 151 T3

la composición diluida. La revelación sólo se refiere a composiciones diluidas y, por tanto, no está dirigida de ningún modo al problema tratado en la presente invención en cuanto a la estabilidad en el almacenamiento a temperatura elevada de las composiciones concentradas.

5 El documento US 4844823 (Colgate-Palmolive) revela una composición que comprende del 3 al 20% en peso de la combinación de una mezcla de compuesto suavizante de productos textiles de amonio cuaternario y alcohol graso en una proporción en peso de 6:1 a 2,8:1. Sólo se proporcionan ejemplos de compuestos de amonio cuaternario sin enlaces tipo éster, y no hay ninguna revelación ni enseñanza acerca de los compuestos de amonio cuaternario completamente saturados.

10 La técnica anterior no trata ni ofrece ninguna sugerencia sobre cómo solucionar los problemas de una viscosidad inicial elevada y/o de la estabilidad en un almacenamiento a temperatura elevada en composiciones concentradas que comprenden compuestos con enlaces tipo éster de amonio cuaternario completamente endurecido basados en trietanolamina.

15 El documento WO 93/23510 (Procter y Gamble) menciona alcoholes grasos y ácidos grasos como suavizantes no iónicos opcionales, y enseña que pueden mejorar la fluidez de las masas fundidas premezcladas. No se hace referencia a la reducción de la viscosidad de las dispersiones elaboradas a partir de masas fundidas premezcladas.

20 Todos los documentos WO 98/49132, US 4213867, US 4386000, GB-A-2007734, DE 2503026, DE 3150179, US 5939377, US 93915867 y US 3644203 revelan composiciones acondicionadoras de productos textiles que comprenden alcoholes grasos. Los alcoholes grasos son conocidos como co-suavizantes y por aumentar la viscosidad de las composiciones.

25 Nada de la técnica anterior enseña que los alcoholes grasos puedan ser usados para evitar un aumento de la viscosidad de composiciones acondicionadoras de productos textiles concentradas y/o para solucionar el problema de una viscosidad inicial elevada de la composición completamente formulada.

### Objetos de la invención

30 La presente invención busca tratar uno o más de los problemas anteriormente mencionados y ofrecer uno o más de los beneficios anteriormente mencionados deseados por los consumidores.

35 Se ha descubierto que, sorprendentemente, al incorporar un componente graso que comprende una cadena alquilo larga, tal como un alcohol graso o un ácido graso (en lo sucesivo, denominado “agente graso de complejación”, en las composiciones suavizantes que comprenden un material suavizante de amonio cuaternario que tiene cadenas alquilo sustancialmente completamente saturadas, al menos algún componente enlazado tipo mono-éster y al menos algún componente enlazado tipo tri-éster, estando el agente graso de complejación presente en una cantidad significativamente mayor de lo que está normalmente presente en las composiciones suavizantes de productos textiles tradicionales, entonces es posible mejorar de manera espectacular la estabilidad y la viscosidad inicial de la composición. En concreto, se puede evitar el espesamiento no deseado de la composición durante su almacenamiento.

45 El documento WO 02/20706 (EP 1315788) forma parte del estado de la técnica en virtud del Artículo 54(3) EPC y revela un procedimiento para preparar una composición acondicionadora de productos textiles que comprende mezclar con agua:

(a) del 7,5 al 60% en peso de un compuesto suavizante de productos textiles catiónico de fórmula (I), (II) o (III) definido en esa memoria, teniendo el compuesto una o más cadenas hidrocarbilo formadas a partir de compuestos precursores de acilo graso o ácidos grasos que tienen un índice de yodo de 0 a 20; y

50 (b) del 0,01% al 1,5% en peso de un modificador de la viscosidad tensioactivo no iónico; y

(c) hasta el 1,4% en peso de un alcohol graso,

55 en el que la combinación de (b) y (c) no es más del 1,5% en peso, en base al peso total de la composición y en el que los componentes (a), (b) y (c) son mezclados para formar una dispersión acuosa, siendo la dispersión acuosa sometida a una cizalla elevada menor de la temperatura de transición de fase del componente (a) durante un tiempo suficiente para proporcionar una composición que tenga una viscosidad de 10 a 250 mPa.s medida a 20 s<sup>-1</sup> usando un Rotoviscosímetro MV1 de Haake a 25°C.

60 Los ejemplos 1, 4 y 8 revelan composiciones y su preparación relevantes para la presente invención a las que se ha renunciado.

65

**Resumen de la invención**

Según la presente invención, se proporciona:

5 un procedimiento para diluir una composición acondicionadora de productos textiles que comprende (a) del 7,5 al 80% en peso de un material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario con enlaces tipo éster que comprende al menos un componente enlazado tipo mono-éster y al menos un componente enlazado tipo tri-éster; comprendiendo el procedimiento la etapa de añadir un agente graso de complejación (b) seleccionado entre ácidos grasos y alcoholes grasos a la composición en una cantidad tal que la proporción en peso entre el componente enlazado tipo mono-éster del compuesto (a) y el agente graso de complejación (b) sea de 2,93:1 a 1:5.

15 Se proporciona además un procedimiento para tratar productos textiles que comprende poner en contacto una composición acondicionadora de productos textiles preparada según el procedimiento de la invención con productos textiles en un procedimiento de tratamiento de colada.

En el contexto de la presente invención, el término “que comprende” significa “que incluye” o “que está constituido por”. Es decir, las etapas, los componentes, los ingredientes o las características a las que el término “que comprende” hace referencia no son exhaustivos.

**20 Descripción detallada de la invención**

Las composiciones de la presente invención son preferiblemente composiciones acondicionadoras de aclarado, más preferiblemente, composiciones acuosas acondicionadoras de aclarado para su uso en el ciclo de aclarado de un procedimiento doméstico de lavado de colada.

**25 Material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario**

El material acondicionador de productos textiles usado en las composiciones de la presente invención comprende uno o más materiales de amonio cuaternario que comprenden una mezcla de compuestos enlazados tipo mono-éster, di-éster y tri-éster.

35 El término “componentes enlazados tipo mono-éster, di-éster y tri-éster” pretende significar que el material suavizante de amonio cuaternario comprende, respectivamente, un compuesto de amonio cuaternario que comprende un único enlace tipo éster con una cadena de hidrocarbilo graso unida al mismo, un compuesto de amonio cuaternario que comprende dos enlaces tipo éster, cada uno de los cuales tiene una cadena de hidrocarbilo graso unida al mismo, y un compuesto de amonio cuaternario que comprende tres enlaces tipo éster, cada uno de los cuales tiene una cadena de hidrocarbilo graso unida al mismo.

40 A continuación, se muestran los niveles comunes de componentes enlazados tipo mono-, di- y tri-éster de un material suavizante de productos textiles usado en las composiciones de la invención.

Componente	% en peso de la materia prima (suavizante basado en TEA con disolvente)
45 Mono-éster	10-30
Di-éster	30-60
50 Tri-éster	10-30
Ácido graso libre	0,2-1,0
55 Disolvente	10-20

El nivel de componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario usado en las composiciones de la invención está preferiblemente entre el 8 y el 40% en peso, basado en el peso total de la materia prima en la que se suministra el material de amonio cuaternario.

El nivel de componente enlazado tipo di-éster está preferiblemente entre el 20 y el 50% en peso, basado en el peso total de la materia prima en la que se suministra el material de amonio cuaternario.

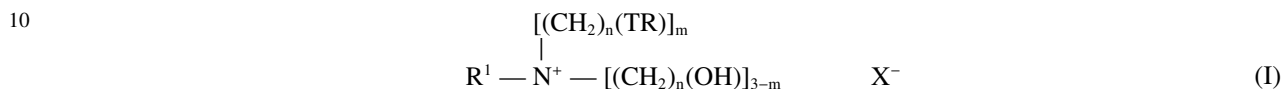
65 El nivel de componente enlazado tipo tri-éster está preferiblemente entre el 20 y el 50% en peso, basado en el peso total del material de amonio cuaternario.

## ES 2 268 151 T3

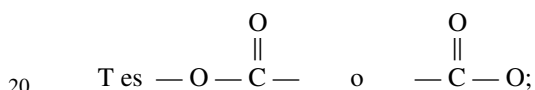
Preferiblemente, la longitud media de la cadena del grupo alquilo o alqueno es de al menos 14 carbonos, más preferiblemente, de al menos 16 carbonos. Lo más preferible es que al menos la mitad de las cadenas tenga una longitud de 18 carbonos.

5 Por lo general, se prefiere que las cadenas alquilo o alqueno sean predominantemente lineales.

El material suavizante catiónico de amonio cuaternario con enlaces tipo éster para ser usado en la invención está representado por la fórmula (I):



15 en la que cada R se selecciona independientemente entre un grupo alquilo o alqueno ( $C_{5-35}$ ),  $R^1$  representa un grupo alquilo o hidroxialquilo ( $C_{1-4}$ ) o un grupo alqueno ( $C_{2-4}$ ),



n es O o un número entero seleccionado de 1 a 4, m es 1, 2 ó 3 y denota el número de restos a los que se refiere que penden directamente del átomo de N, y  $X^-$  es un grupo aniónico, tal como haluros o alquilsulfatos, p.ej., cloruro, metilsulfatos o etilsulfatos.

25 Los materiales especialmente preferidos pertenecientes a esta clase son los di-alquil- o di-alqueno-ésteres de metilsulfato de trietanolamonio. Los ejemplos comerciales de los compuestos pertenecientes a esta fórmula son Tetranyl® AHT-1 (di-éster de sebo endurecido de metilsulfato de trietanolamonio 85% activo), L1/90 (éster de sebo parcialmente endurecido de metilsulfato de trietanolamonio 90% activo) y L5/90 (éster de palma de metilsulfato de trietanolamonio 90% activo), (todos ellos de Kao Corporation), Rewoquat WE18 y WE20 (ambos son éster de sebo parcialmente endurecido de metilsulfato de trietanolamonio 90% activo), ambos de Goldschmidt Corporation y Stepantex VK-90 (éster de sebo parcialmente endurecido de metilsulfato de trietanolamonio 90% activo), de Stepan Company.

### 35 *Índice de yodo del grupo de acilo graso o ácido graso precursor*

El índice de yodo del compuesto de acilo graso o ácido graso precursor a partir del cual se forma el material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario es de 0 a 20, preferiblemente, de 0 a 5, más preferiblemente, de 0 a 2. Lo más preferible es que el índice de yodo del grupo de acilo o ácido graso precursor a partir del cual se forma el material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario sea de 0 a 1. Es decir, es preferible que las cadenas alquilo o alqueno estén sustancialmente completamente saturadas.

40 Si hay algún material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario insaturado en la composición, el índice de yodo, anteriormente referido, representa el índice medio de yodo de los compuestos de acilo graso o los ácidos grasos precursores de todos los materiales de amonio cuaternario presentes.

45 En el contexto de la presente invención, el índice de yodo del compuesto de acilo o ácido graso precursor a partir del cual se forma el material suavizante de productos textiles se define como el número de gramos de yodo que reacciona con 100 gramos del compuesto.

50 En el contexto de la presente invención, el procedimiento para calcular el índice de yodo de un ácido / compuesto de acilo graso precursor comprende disolver una cantidad prescrita (de 0,1 a 3 g) en aproximadamente 15 ml de cloroformo. Entonces se hace reaccionar el compuesto de acilo graso / ácido graso precursor con 25 ml de monocloruro de yodo en una solución de ácido acético (0,1 M). A esto, se añaden 20 ml de una solución de yoduro de potasio al 10% y aproximadamente 150 ml de agua desionizada. Tras producirse la adición del halógeno, se determina el exceso de monocloruro de yodo mediante la valoración con una solución de tiosulfato de sodio (0,1 M) en presencia de un polvo indicador de almidón azul. Al mismo tiempo, se determina un blanco con la misma cantidad de reactivos y en las mismas condiciones. La diferencia entre el volumen de tiosulfato de sodio usado en el blanco y el usado en la reacción con el compuesto de acilo graso o el ácido graso precursor permite calcular el índice de yodo.

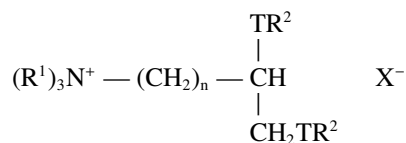
60 El material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario de fórmula (I) está presente en una cantidad del aproximadamente 7,5 al 80% en peso del material de amonio cuaternario (ingrediente activo) en base al peso total de la composición, más preferiblemente, del 10 al 60% en peso, siendo lo más preferible que sea del 11 al 40% en peso, p.ej., del 12,5 al 25% en peso.

### 65 *Compuestos de amonio cuaternario excluidos*

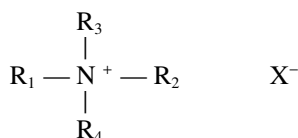
Los materiales suavizantes de productos textiles de amonio cuaternario que están libres de enlaces tipo éster o, si tienen enlaces tipo éster, no comprenden al menos algún componente mono-éster y algún componente tri-éster quedan

## ES 2 268 151 T3

excluidos del alcance de la presente invención. Por ejemplo, se excluyen los compuestos de amonio cuaternario que tienen las siguientes fórmulas:



en la que  $R^1$ ,  $R^2$ , T, n y  $X^-$  son como se definen anteriormente; y



en la que  $R_1$  a  $R_4$  no están interrumpidos por enlaces tipo éster,  $R_1$  y  $R_2$  son grupos alquilo o alquenoilo ( $C_{8-28}$ );  $R_3$  y  $R_4$  son grupos alquilo ( $C_{1-4}$ ) o alquenoilo ( $C_{2-4}$ ) y  $X^-$  es como se definió anteriormente.

### Agente graso de complejación

Las composiciones de la presente invención comprenden un agente graso de complejación.

Los agentes grasos de complejación especialmente adecuados incluyen alcoholes grasos y ácidos grasos. De éstos, los alcoholes grasos son los más preferidos.

Sin quedar vinculados a la teoría, se cree que los niveles más elevados del componente enlazado tipo mono-éster disminuyen la viscosidad del producto. En otras palabras, se espera que, para un nivel dado de componente enlazado tipo mono-éster, la adición de un agente graso de complejación aumente la viscosidad por dos razones; concretamente, porque se añade material activo adicional, aumentando de ese modo el volumen de la fase, y porque el alcohol graso puede alterar las interacciones electrostáticas de las partículas. Ello aumenta la carga sobre las bicapas y esto se traduce en un mayor volumen de fase, y por tanto, en una mayor viscosidad.

Sin embargo, los solicitantes han descubierto en la presente invención que la adición de niveles más elevados del agente graso de complejación reduce la viscosidad.

No se conoce del todo por qué tiene lugar este efecto, pero se cree que un factor significativo que contribuye a mejorar el perfil de viscosidad de la composición es la complejación del material graso de complejación con el componente enlazado tipo mono-éster del material suavizante de productos textiles, proporcionando de ese modo una composición que tiene niveles relativamente más elevados de componentes enlazados tipo di-éster y tri-éster.

Debido a que este efecto es más significativo en las composiciones que comprenden materiales de amonio cuaternario que comprenden una mezcla de componentes enlazados tipo mono-, di- y tri-éster, las composiciones que no comprenden ni componentes enlazados tipo mono-éster ni componentes enlazados tipo tri-éster no pertenecen al alcance de la invención.

También se cree que los niveles más altos de componente enlazado tipo mono-éster presentes en las composiciones que comprenden materiales de amonio cuaternario basados en TEA pueden desestabilizar la composición a través de una floculación por depleción. Al usarse el material graso de complejación para formar complejos con el componente enlazado tipo mono-éster, la floculación por depleción se ve significativamente reducida.

En otras palabras, el agente graso de complejación a los niveles aumentados, como requiere la presente invención, "neutraliza" el componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario.

Los solicitantes también creen que esa complejación del componente enlazado tipo mono-éster (que no contribuye al suavizado) con el material graso de complejación proporciona un material que contribuye al suavizado.

Los ácidos grasos preferidos incluyen ácido graso de sebo endurecido (disponible con el nombre comercial Pristene, de Uniqema).

Los alcoholes grasos preferidos incluyen alcohol de sebo endurecido (disponible con los nombres comerciales Stenol e Hydrenol, de Cognis y Laurex CS, de Albright y Wilson) y alcohol behenílico, un alcohol de cadena de 22 carbonos disponible como Lanette 22 (de Henkel).

## ES 2 268 151 T3

El agente graso de complejación está presente en una cantidad mayor del 0,5% al 15% en peso en base al peso total de la composición. Más preferiblemente, el componente graso está presente en una cantidad del 0,75 al 10%, siendo lo más preferible, del 1,0 al 5%, p.ej., del 1,25 al 4% en peso.

- 5 La proporción en peso del componente mono-éster del material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario con respecto al agente graso de complejación es de 2,93:1 a 1:5, más preferiblemente, de 2,8:1 a 1:4, siendo lo más preferible, de 2,5:1 a 1:3, p.ej., de 2:1 a 1:2.

*Cálculo del componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario*

10

El análisis cuantitativo del componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario es llevado a cabo a través del uso de una espectroscopia de  $^{13}\text{C}$ -RMN cuantitativa con un esquema de desacoplamiento de  $^1\text{H}$  restringido inverso.

15

Primero se disuelve la muestra de masa conocida de la materia prima de amonio cuaternario en un volumen conocido de  $\text{CDCl}_3$  junto con una cantidad conocida de un material de ensayo tal como naftaleno. Entonces se registra el espectro  $^{13}\text{C}$ -RMN de esta solución usando tanto un esquema de desacoplamiento restringido inverso como un agente de relajación. El esquema de desacoplamiento restringido inverso se usa para garantizar que se elimina cualquier efecto de Overhauser, mientras que el agente de relajación se usa para garantizar que se superan las consecuencias negativas de tiempos de relajación  $t_1$  prolongados (es decir, que es posible conseguir una relación señal-ruido adecuada en una escala temporal razonable).

20

Las intensidades de la señal de los máximos característicos tanto de los átomos de carbono del material de amonio cuaternario como del naftaleno son usadas para calcular la concentración del componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario. En el material de amonio cuaternario, la señal representa el carbono del nitrógeno-grupo metilo del grupo principal del amonio cuaternario. El desplazamiento químico del nitrógeno-grupo metilo varía ligeramente debido al diferente grado de esterificación; los desplazamientos químicos característicos para los enlaces tipo mono-, di- y tri-éster son de 48,28; 47,97 y 47,76 ppm, respectivamente. Se puede utilizar cualquier máximo debido a los carbonos del naftaleno que están libres de la interferencia procedente de otros componentes para calcular la masa del componente enlazado tipo mono-éster presente en la muestra, tal y como se muestra a continuación:

30

$$\text{Masa}_{\text{MC}}(\text{mg/ml}) = (\text{masa}_{\text{Naft}} \times I_{\text{MC}} \times N_{\text{naft}} \times M_{\text{MC}}) / (I_{\text{Naft}} \times N_{\text{MC}} \times M_{\text{Naft}})$$

35

en la que  $\text{Masa}_{\text{MC}}$  = masa del material de amonio cuaternario enlazado tipo mono-éster en mg/ml;  $\text{masa}_{\text{Naft}}$  = masa del naftaleno en mg/ml;  $I$  = Intensidad máxima;  $N$  = número de núcleos que contribuyen y  $M$  = Masa molecular relativa. La masa molecular relativa del naftaleno usada es 128,17 y la masa molecular relativa del componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario es considerada como 526.

40

El porcentaje en peso del material de amonio cuaternario enlazado tipo mono-éster de la materia prima puede calcularse del siguiente modo:

$$\% \text{ del material de amonio cuaternario enlazado tipo mono-éster de la materia prima} = (\text{Masa}_{\text{MC}} / \text{masa}_{\text{HT-TEA}}) \times 100$$

45

en la que  $\text{masa}_{\text{HT-TEA}}$  = masa del material de amonio cuaternario, y tanto  $\text{masa}_{\text{MC}}$  como  $\text{masa}_{\text{HT-TEA}}$  se expresan en mg/ml.

Para consultar la técnica de RMN, véase "100 and More Basic NMR Experiments", S. Braun, H-O Kalinowski, S. Berger, 1ª edición, páginas 234-236.

50

*Tensioactivo no iónico*

Es preferible que las composiciones comprendan además un tensioactivo no iónico. Lo común es que éstos puedan ser incluidos con el objeto de estabilizar las composiciones.

55

Los tensioactivos no iónicos adecuados incluyen productos de adición de óxido de etileno y/o óxido de propileno con alcoholes grasos, ácidos grasos y aminas ácidas.

60

Se puede usar como tensioactivo no iónico cualquiera de los materiales alcoxilados del tipo particular descrito en lo sucesivo.

Los tensioactivos adecuados son tensioactivos sustancialmente hidrosolubles de fórmula general:

65



en la que R se selecciona del grupo constituido por grupos alquilo y/o acil-hidrocarbilo de cadena primaria, secundaria y ramificada; grupos alquenal-hidrocarbilo de cadena primaria, secundaria y ramificada; y grupos hidrocarbilo fenóli-

## ES 2 268 151 T3

cos alquénil-sustituídos de cadena primaria, secundaria y ramificada; teniendo los grupos hidrocarbilo una longitud de cadena de 8 a aproximadamente 25, preferiblemente, de 10 a 20, p.ej., de 14 a 18 átomos de carbono.

En la fórmula general para el tensioactivo no iónico etoxilado, Y es comúnmente:



en las que R tiene el significado anteriormente proporcionado o puede ser hidrógeno; y Z es al menos aproximadamente 8, preferiblemente, al menos aproximadamente 10 ó 11.

Preferiblemente, el tensioactivo no iónico tiene un HLB de aproximadamente 7 a aproximadamente 20, más preferiblemente, de 10 a 18, p.ej., de 12 a 16.

A continuación, se presentan ejemplos de tensioactivos no iónicos. En los ejemplos, el número entero define el número de grupos etoxilo (EO) de la molécula.

### A. Alcoxilatos de alcohol primario de cadena lineal

Los deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca- y pentadecaetoxilatos de n-hexadecanol y n-octadecanol que tienen un HLB que pertenece al intervalo enumerado en la presente memoria son modificadores de la viscosidad / dispersibilidad en el contexto de esta invención. Los ejemplos de alcoholes primarios etoxilados útiles en la presente memoria como los modificadores de la viscosidad / dispersibilidad de las composiciones son EO(10)(C<sub>18</sub>) y EO(11)(C<sub>18</sub>). También son útiles en la presente memoria los etoxilatos de alcoholes sintéticos o naturales mixtos en el intervalo de longitud de cadena de "sebo". Los ejemplos específicos de tales materiales incluyen EO(11) de alcohol de sebo, EO(18) de alcohol de sebo y EO(25) de alcohol de sebo, EO(10) de alcohol de coco, EO (15) de alcohol de coco, EO (20) de alcohol de coco y EO (25) de alcohol de coco.

### B. Alcoxilatos de alcohol secundario de cadena lineal

Los deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, pentadeca-, octadeca- y nonadeca-etoxilatos de 3-hexadecanol, 2-octadecanol, 4-eicosanol y 5-eicosanol que tienen un HLB perteneciente al intervalo enumerado en la presente memoria son modificadores de la viscosidad y/o dispersibilidad útiles en el contexto de esta invención. Los ejemplos de alcoholes secundarios etoxilados útiles en la presente memoria como los modificadores de la viscosidad / dispersibilidad de las composiciones son: EO(11)(C<sub>16</sub>); EO(11)(C<sub>20</sub>) y EO(14)(C<sub>16</sub>).

### C. Alcoxilatos de alquilfenol

Como en el caso de los alcoxilatos de alcohol, los hexa- a los octadeca-etoxilatos de fenoles alquilados, particularmente, los alquilfenoles monohídricos, que tienen un HLB perteneciente al intervalo enumerado en la presente memoria son útiles como modificadores de la viscosidad y/o dispersibilidad de las presentes composiciones. Los hexa- a octadeca-etoxilatos de p-tri-decilfenol, m-pentadecilfenol y similares son útiles en la presente memoria. Los ejemplos de alquilfenoles etoxilados útiles como modificadores de la viscosidad y/o dispersibilidad de las mezclas de la presente memoria son: EO(11) de p-tridecilfenol y EO(18) de p-pentadecilfenol.

Como se usa en la presente memoria y como se reconoce de manera general en la técnica, un grupo fenileno en la fórmula no iónica es el equivalente de un grupo alquileo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono. Para los presentes objetivos, se considera que los no iónicos que contienen un grupo fenileno contienen un número equivalente de átomos de carbono calculado como la suma de los átomos de carbono del grupo alquilo más aproximadamente 3,3 átomos de carbono por cada grupo fenileno.

### D. Alcoxilatos olefínicos

Los alcoholes alquénlicos, tanto primarios como secundarios, y los fenoles de alquénilo que corresponden a aquellos revelados justo anteriormente en la presente memoria pueden estar etoxilados hasta un HLB perteneciente al intervalo enumerado en la presente memoria y usados como los modificadores de la viscosidad y/o dispersibilidad de las presentes composiciones.

### E. Alcoxilatos de cadena ramificada

Los alcoholes primarios y secundarios de cadena ramificada, que están disponibles a partir del conocido procedimiento "OXO", pueden estar etoxilados y ser empleados como los modificadores de la viscosidad y/o dispersibilidad de las composiciones de la presente memoria.

### F. Tensioactivos basados en polioles

Los tensioactivos basados en polioles adecuados incluyen ésteres de sacarosa tales como nonooleatos de sacarosa, alquil-poliglucósidos tales como estearil-monoglucósidos y estearil-triglucósido y alquil-poligliceroles.

## ES 2 268 151 T3

Los tensioactivos no iónicos anteriores son útiles en las presentes composiciones solos o en combinación, y el término “tensioactivo no iónico” engloba a agentes tensioactivos no iónicos mixtos.

5 El tensioactivo no iónico está preferiblemente presente en una cantidad del 0,01 al 10%, más preferiblemente, del 0,1 al 5%, siendo lo más preferible del 0,35 al 3,5%, p.ej., del 0,5 al 2% en peso, en base al peso total de la composición.

### *Perfume*

10 Las composiciones de la invención comprenden preferiblemente uno o más perfumes.

La hidrofobicidad del perfume y del vehículo del perfume oleaginoso son medidas mediante ClogP. ClogP se calcula usando el programa “ClogP” (cálculo de las hidrofobicidades como el logP (aceite/agua)), versión 4.01, disponible en Daylight Chemical Information Systems Inc de Irvine California, EE.UU.

15 Se sabe que el perfume se proporciona como una mezcla de diversos componentes.

Es preferible que al menos un cuarto (en peso) o más, preferiblemente, la mitad o más de los componentes del perfume tenga un ClogP de 2,0 o más, más preferiblemente, de 3,0 o más, siendo lo más preferible que sea de 4,5 o más, p.ej., de 10 o más.

Los perfumes adecuados que tienen un ClogP de 3 o más son revelados en el documento US 5500137.

25 El perfume está preferiblemente presente en una cantidad del 0,01 al 10% en peso, más preferiblemente, del 0,05 al 5% en peso, siendo lo más preferible que sea del 0,5 al 4,0% en peso, en base al peso total de la composición.

### *Vehículo líquido*

30 El vehículo líquido empleado en las presentes composiciones es preferiblemente agua debido a su disponibilidad relativa de bajo coste, seguridad y compatibilidad con el medio ambiente. El nivel de agua del vehículo líquido es mayor del aproximadamente 50%, preferiblemente, mayor del aproximadamente 80%, más preferiblemente, mayor del aproximadamente 85%, en peso del vehículo. El nivel de vehículo líquido es mayor del aproximadamente 50%, preferiblemente, mayor del aproximadamente 65%, más preferiblemente, mayor del aproximadamente 70%. Las mezclas de agua y un disolvente orgánico de bajo peso molecular, p.ej., <100, p.ej., un alcohol inferior tal como etanol, 35 propanol, isopropanol o butanol son útiles como vehículo líquido. Los alcoholes de bajo peso molecular que incluyen alcoholes monohídricos, dihídricos (glicol, etc), trihídricos (glicerol, etc) y polihídricos (polioles) también son vehículos adecuados para su uso en las composiciones de la presente invención.

### *Suavizantes coactivos*

40 Los suavizantes coactivos para el tensioactivo catiónico también pueden ser incorporados en una cantidad del 0,01 al 20% en peso, más preferiblemente, del 0,05 al 10%, en base al peso total de la composición. Los suavizantes coactivos preferidos incluyen ésteres grasos y N-óxidos grasos.

45 Los ésteres grasos preferidos incluyen monoésteres grasos, tales como monoestearato de glicerol. Si hay presente monoestearato de glicerol (GMS), entonces es preferible que el nivel del GMS en la composición sea del 0,01 al 10% en peso, en base al peso total de la composición.

50 El suavizante coactivo también puede comprender un derivado oleaginoso de azúcar. Los derivados oleaginosos de azúcar adecuados, sus procedimientos de fabricación y sus cantidades preferidas están descritos en el documento WO-A1-01/46361, de la página 5, línea 16, a la página 11, línea 20, cuya revelación se encuentra incorporada en la presente memoria.

### *Agentes poliméricos de control de la viscosidad*

55 Resulta útil, aunque no es esencial, que las composiciones comprendan uno o más agentes poliméricos de control de la viscosidad. Los agentes poliméricos de control de la viscosidad adecuados incluyen polímeros no iónicos y catiónicos, tales como éteres de celulosa hidrofóticamente modificada (p.ej., Natrosol Plus, de Hercules), almidones catiónicamente modificados (p.ej., Softgel DBA y Softgel BD, ambos de Avebe). Un agente de control de la viscosidad particularmente preferido es un copolímero de metacrilato y de acrilamida catiónica disponible con el nombre comercial de Flosoft 200 (de SNF Floerger).

65 Los polímeros no iónicos y/o catiónicos están preferiblemente presentes en una cantidad del 0,01 al 5% en peso, más preferiblemente, del 0,02 al 4% en peso, en base al peso total de la composición.

## ES 2 268 151 T3

### Otros ingredientes opcionales

También se pueden incorporar en las composiciones de la invención otros suavizantes no iónicos, bactericidas y agentes de liberación de la suciedad opcionales.

5 Las composiciones también pueden contener uno o más ingredientes opcionales convencionalmente incluidos en las composiciones acondicionadoras de productos textiles tales como agentes de tamponamiento del pH, vehículos de perfumes, fluorescentes, colorantes, hidrotropos, agentes antiespumantes, agentes antirredeposición, polielectrolitos, enzimas, abrillantadores ópticos, agente antiencogimiento, agentes antiarrugas, agentes antimanchas, antioxidantes, filtros solares, agentes anticorrosión, agentes de cubrimiento, agentes antiestáticos, potenciadores del planchado y tintes.

### Formas del producto

15 En su estado no diluido a temperatura ambiente, el producto comprende un líquido acuoso.

Las composiciones son preferiblemente dispersiones acuosas del material suavizante de amonio cuaternario.

### Uso del producto

20 La composición se usa preferiblemente en el ciclo de aclarado de una operación doméstica de lavado textil, en la que se puede añadir directamente a la lavadora en un estado no diluido, p.ej., por un cajón dispensador o, para una lavadora de carga superior, directamente al tambor. Alternativamente, puede ser diluida antes de su uso. Las composiciones también pueden ser usadas en una operación doméstica de lavado de colada a mano.

25 También es posible, aunque menos deseable, para las composiciones de la presente invención que sean usadas en operaciones industriales de lavado de colada, p.ej., como un agente de acabado para suavizar las prendas nuevas antes de ser vendidas a los consumidores.

### 30 Preparación

Las composiciones de la invención pueden ser preparadas según cualquier procedimiento adecuado.

35 En un primer procedimiento preferido, el material de amonio cuaternario, el agente graso de complejación y, opcionalmente, el agente estabilizador no iónico y el perfume son calentados conjuntamente hasta que se forma una masa co-fundida. Entonces se calienta el agua y se añade la masa co-fundida al agua con agitación. Alternativamente, el perfume puede ser añadido caliente tras haberse añadido los ingredientes activos o puede ser añadido en diferentes etapas de enfriamiento tras la adición de los activos.

### 40 Ejemplos

La invención será ahora ilustrada mediante los siguientes ejemplos no restrictivos. Las modificaciones adicionales resultarán evidentes para el experto en la técnica.

45 Las muestras de la invención están representadas por un número. Las muestras comparativas están representadas por una letra.

Todos los valores están en % en peso del ingrediente activo a no ser que se establezca lo contrario.

### 50 Ejemplo 1

Las muestras A a C, 1 y 2 fueron preparadas en una escala de 200 ml. Se calentaron conjuntamente el agente graso de complejación y el compuesto de amonio cuaternario enlazado tipo éster hasta entre 50 y 60°C, y se agitaron con el fin de proporcionar una masa co-fundida. Entonces se añadió lentamente la masa co-fundida al agua también a la misma temperatura mientras se agitaba. Tras 10 minutos de mezclado, se enfrió el lote usando agua fría recirculante. No se usó cizalla ni molido durante el procedimiento.

TABLA 1

60	Componente (% en peso)	Muestra A	Muestra B	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
	Tetranyl AHT-1 <sup>a</sup>	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0
65	Agente graso de complejación <sup>b</sup>	0	0,25	0,75	1,25	2,00
	Agua	Hasta 100	Hasta 100	Hasta 100	Hasta 100	Hasta 100

## ES 2 268 151 T3

TABLA 1 (continuación)

Componente (% en peso)	Muestra A	Muestra B	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Material activo total (% en peso)	13	13,25	13,75	14,25	15
Proporción en peso entre el componente mono-éster y el agente graso de complejación	-	8,84:1	2,93:1	1,76:1	1,10:1

<sup>a</sup> éster de di-sebo endurecido de metilsulfato de trietanolamonio (disponible como material suavizante activo al 85% en IPA al 15%, de Kao).

<sup>b</sup> alcohol de sebo (disponible como Laurex CS, de Albright y Wilson).

La tabla 2 muestra los datos de tamaño de partícula y de viscosidad para las muestras anteriormente preparadas.

TABLA 2

Muestra	A	B	1	2	3
Viscosidad inicial (mPas) <sup>c</sup>	530	574	447	310	320
Tamaño de partícula <sup>d</sup> D[4,3] ( $\mu\text{m}$ )	4,42	4,69	7,14	6,69	3,47

<sup>c</sup> medida a  $106 \text{ s}^{-1}$  a  $25^\circ\text{C}$  usando un Rotoviscosímetro Haake RV20, y copa y cuerpo fijo NV.

<sup>d</sup> medido usando un Malvern Mastersizer.

Como no se usó ningún dispositivo de cizalla ni de molido intenso en la preparación de estos ejemplos, los descensos de la viscosidad a mayores niveles de alcohol graso son directamente atribuibles al nivel de alcohol graso de las composiciones.

Los resultados del tamaño de partícula D[4,3] de esta tabla demuestran que, al principio, cuando se añaden niveles bajos de agente graso de complejación, la viscosidad de la composición aumenta (A a B). Cuando se añade más agente graso de complejación, la viscosidad disminuye (B a 1). Esto es particularmente sorprendente, pues los alcoholes grasos son conocidos como espesantes de las composiciones acondicionadoras de productos textiles (como se muestra en los resultados A a B), y por tanto, sería de esperar que la adición de más agente graso de complejación condujera a mayores aumentos de la viscosidad.

A medida que la proporción en peso entre el componente enlazado tipo mono-éster del material de amonio cuaternario y el agente graso de complejación se reduce por debajo de 2,93:1 y se aproxima a 1:1 (muestras 1 a 3), la viscosidad se reduce todavía más.

### Ejemplo 2

#### *Evaluación del agente graso de complejación sobre el nivel de componentes mono-éster y tri-éster*

Para las muestras A a B y 1 a 3, se midieron el cambio de posición del máximo DSC y la altura del pico máximo (mW) como una función de la concentración de alcoholes grasos.

La posición del máximo y su intensidad fueron medidas usando un Perkin Elmer DSC-7 que tenía un ciclo de calentamiento/enfriamiento de 0 a  $85^\circ\text{C}$ , a  $100^\circ\text{C}$  por minuto, siendo las transiciones medidas en el segundo ciclo de calentamiento.

En la tabla 3, se ofrecen los resultados.

# ES 2 268 151 T3

TABLA 3

Muestra	Máximo 1 (°C)	Amplitud (mW)	Máximo 2 (°C)	Amplitud (mW)
Muestra A	47	4,044	57	3,021
Muestra B	47	3,406	57	3,150
Muestra 1	46	2,439	59	3,400
Muestra 2	45	1,747	63	4,409
Muestra 3	45	1,050	65	5,636

5

10

15

La amplitud del máximo 1 indica la cantidad de componente mono-éster presente en la composición. La amplitud del máximo 2 indica la cantidad de componente enlazado tipo tri-éster (asociado con algún di-éster) presente en la composición.

20

Los resultados de la tabla 3 demuestran que al proporcionar un agente graso de complejación en las composiciones de la invención, la amplitud del máximo 1 (la fase rica en mono-ésteres del compuesto suavizante) se reduce espectacularmente, lo que sugiere que el agente graso de complejación neutraliza el componente mono-éster.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

# ES 2 268 151 T3

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para diluir una composición acondicionadora de productos textiles que comprende (a) del 7,5 al 80% en peso de un material suavizante de productos textiles de amonio cuaternario con enlaces tipo éster que comprende al menos un componente enlazado tipo mono-éster y al menos un componente enlazado tipo tri-éster,

que comprende la etapa de añadir un agente graso de complejación (b) seleccionado entre ácidos grasos y alcoholes grasos a la composición en una cantidad tal que la proporción en peso entre el componente enlazado tipo mono-éster del compuesto (a) y el agente graso de complejación (b) es de 2,93:1 a 1:5, con la condición de que el procedimiento no sea un procedimiento para preparar una de las siguientes composiciones acondicionadoras de productos textiles, en las que todos los valores son expresados en porcentaje en peso en base a la composición total:

TABLA

	%
Tensioactivo catiónico	13
Estabilizadores no iónicos de la viscosidad	0,75
Alcohol graso	0,75
Perfume	0,95
Conservante, tinte, antiespumante	Trazas
Agua	Hasta 100
Tensioactivo catiónico	12,5
Estabilizadores no iónicos de la viscosidad	0,75
Alcohol graso	0,75
Perfume	0,95
Conservante, tinte, antiespumante	Trazas
Agua	Hasta 100%
Tensioactivo catiónico	12
Estabilizadores no iónicos de la viscosidad	0,75
Alcohol graso	0,75
Perfume	0,95
Conservante, tinte, antiespumante	Trazas
Agua	Hasta 100%

en la que el tensioactivo catiónico es un material de amonio cuaternario con enlaces tipo éster basado en trietanolamina que tiene una VI de menos de 1, comercialmente disponible en Kao con la designación comercial de Tetranyl AHT1; el estabilizador no iónico de la viscosidad es EO(20) de coco, comercialmente disponible en Clariant con la designación comercial de Genapol C200 y el ácido graso es alcohol de sebo, comercialmente disponible en Sidobre Sinnova con la designación comercial de Hydrenol.

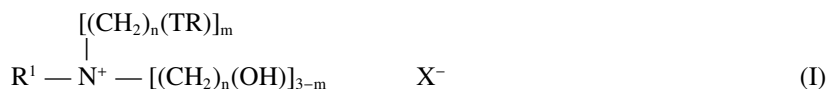
2. Un procedimiento según lo reivindicado en la reivindicación 1, en el que la proporción en peso entre el componente enlazado tipo mono-éster del compuesto de amonio cuaternario y el agente graso de complejación es de 2:1 a 1:3.

## ES 2 268 151 T3

3. Un procedimiento según lo reivindicado en la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el agente graso de complejación es un alcohol graso.

4. Un procedimiento según lo reivindicado en la reivindicación 3, en el que el alcohol graso es alcohol de sebo.

5. Un procedimiento según lo reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material de amonio cuaternario está representado por la fórmula (I):



en la que R se selecciona independientemente entre un grupo alquilo o alqueno(C<sub>5-35</sub>), R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo o hidroxialquilo(C<sub>1-4</sub>) o un grupo alqueno(C<sub>2-4</sub>),



n es O o un número entero seleccionado de 1 a 4; m es 1, 2 ó 3, y denota el número de restos a los que se refiere que penden directamente del átomo de N; y X<sup>-</sup> es un grupo aniónico, tal como haluros o alquilsulfatos, p.ej., cloruro, metilsulfato o etilsulfato.

6. Un procedimiento según lo reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además un derivado oleaginoso de azúcar.

7. Un procedimiento para tratar productos textiles que comprende poner en contacto una composición acondicionadora de productos textiles preparada según el procedimiento reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 con productos textiles en un procedimiento de tratamiento de colada.