



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 289 559**

51 Int. Cl.:
C11D 1/645 (2006.01)
C11D 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04775952 .7**
86 Fecha de presentación : **07.05.2004**
87 Número de publicación de la solicitud: **1639067**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **29.03.2006**

54 Título: **Éster-quats de MDEA con alto contenido de monoéster en mezclas con éster-quats de TEA.**

30 Prioridad: **11.06.2003 US 458912**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.02.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.02.2008

73 Titular/es: **Evonik Degussa GmbH**
Bennigsenplatz 1
40474 Düsseldorf, DE

72 Inventor/es: **Keys, Robert, O.;**
Toney, Christopher, J. y
Gefvert, David, L.

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

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

Éster-quats de MDEA con alto contenido de monoéster en mezclas con éster-quats de TEA.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones suavizantes de telas, y más particularmente a una composición suavizante de telas que comprende una mezcla de un éster cuaternario (quat) de metil-dietanol-amina (MDEA) y un éster cuaternario (quat) de trietanol-amina (TEA), en donde el éster quat de MDEA tiene un contenido elevado de monoéster. La composición suavizante de telas de la presente invención proporciona eficiencia de suavizado mejorada en comparación con cualquiera de sus componentes inhibidores aisladamente considerado. Además la composición suavizante de telas de la presente invención es capaz de proporcionar una formulación con alto contenido de sólidos que forma dispersiones estables que mantienen la estabilidad a largo plazo.

15 **Antecedentes de la invención**

En Norteamérica, los éster-quats de metil-dietanol-amina (MDEA) se utilizan generalmente como agentes suavizantes en diversas formulaciones suavizantes de telas. Los éster-quats de MDEA se fabrican típicamente por reacción de diversos ácidos grasos tales como un ácido graso de sebo con MDEA; MDEA, que es conocido también como 2,2'-metiliminodietanol, tiene la fórmula estructural básica $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NCH}_3$.

Los éster-quats de MDEA se fabrican normalmente de tal manera que los productos contienen bajos niveles de monoéster (del orden de aproximadamente 4 a aproximadamente 7% de sólidos) para el mercado de suavizantes de telas debido a que se ha informado que los éster-quats de MDEA que tienen un contenido elevado de monoéster son difíciles de formular y dan formulaciones gelatinosas espesas para contenidos de sólidos superiores a 12%. La mayoría de las formulaciones empleadas en el mercado norteamericano son productos de calidad superior que tienen más de 24% de sólidos e incluso proporciones tan altas como 28% de sólidos.

Los éster-quats de trietanol-amina (TEA) son los éster-quats genéricos que se utilizan en Europa, pero los éster-quats de TEA no se utilizan mucho en el mercado norteamericano debido a que los éster-quats de TEA no suavizan bien en las condiciones de lavado norteamericanas. Las razones para esto son debidas a que los compuestos aniónicos residuales que quedan en el ciclo de lavado debido a los ciclos de un solo aclarado empleados en las máquinas lavadoras de carga superior típicas en Norteamérica. Los éster-quats de TEA de la técnica anterior pueden formularse únicamente hasta aproximadamente 18% de sólidos debido a su naturaleza química.

Las materias primas utilizadas en la fabricación de quats de TEA son más baratas que los éster-quats de MDEA y por tanto tienen un factor favorable de coste si los éster-quats de TEA pudieran utilizarse en la producción de formulaciones suavizantes de telas en los productos norteamericanos.

Se han realizado intentos en la técnica anterior para proporcionar formulaciones en las cuales éster-quats de MDEA y TEA estén presentes a la vez. En tales formulaciones se proporciona primeramente una mezcla de dos aminas diferentes, es decir, MDEA/TEA. La mezcla de aminas se esterifica luego en presencia de un ácido graso y después de ello se cuaterniza el producto de la reacción de esterificación. Una formulación de este tipo se describe, por ejemplo, en el documento DE 196 42 038 C1 asignada a Henkel KGAA (en lo sucesivo DE '038).

Específicamente, el documento DE '038 describe ésteres cuaternarios que se obtienen por esterificación de mezclas MDEA/TEA (relación en peso = 20-1:80-99) con ácidos grasos y cuaternización subsiguiente del producto de reacción con un agente de alquilación utilizando procesos de cuaternización conocidos. Se dice que los éster-quats descritos en DE '038 tienen una viscosidad suficientemente baja y estable al almacenamiento que hace que los éster-quats sean muy adecuados para uso en cosméticos y abrillantadores.

En el documento DE '038, se describe un producto de esterificación de un ácido graso de sebo C_{16-18} parcialmente hidrogenado y una mezcla MDEA/TEA para un suavizante de telas. En particular, DE '038 describe que la relación MDEA/TEA del orden de 15% MDEA y 85% TEA produce un suavizante excelente. La fabricación de quats de la manera descrita en el documento DE'038 no permite la producción controlada de MDEA que tenga un contenido elevado de monoéster.

El documento US 5.830.845 describe composiciones suavizantes de telas que comprenden éster-quats de alcanolaminas de ácidos grasos que tienen un alto grado de insaturación. El documento sugiere en la columna 5, líneas 8 a 24 la utilización de compuestos activos suavizantes de telas con diésteres de amonio cuaternario (DEQA) que tienen un contenido de monoéster de hasta 20% en condiciones de contenido alto de detergente. No obstante, no se hace sugestión alguna en cuanto a combinar un éster-quat de trietanol-amina con un éster-quat de metil-dietanol-amina.

El documento WO 02/051971 describe composiciones suavizantes de telas que comprenden éster-quats de alcanolaminas de ácidos dicarboxílicos en combinación con más de 40% en peso de agentes tensioactivos no iónicos. El documento sugiere en la página 12 el uso de éster-quats de metil-dietanol-amina y de éster-quats de trietanol-amina entre otros compuestos y describe que los compuestos diéster enumerados pueden contener cantidades variables de compuestos monoéster. De nuevo, no se hace sugestión alguna acerca de combinar un éster-quat de trietanol-amina con un éster quat de metil-dietanol-amina.

En vista del estado de la técnica anterior arriba mencionada, existe necesidad de proporcionar una composición suavizante de telas que incorpore a la vez éster-quats de MDEA y TEA en una sola formulación en la cual se evite el uso de una pre-mezcla de aminas, es decir, una mezcla de MDEA y TEA que se forma antes de la esterificación y cuaternización.

5

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a una composición suavizante de telas en la cual se emplea una mezcla de MDEA que tiene un alto contenido de monoéster y éster-quats de TEA. A lo largo de las partes restantes de la solicitud, el término “éster-quat de MDEA rico en mono-alquilo” se utiliza para describir la MDEA que tiene un contenido elevado de mono-éster. Debe entenderse que los dos términos se utilizan intercambiamente en la presente solicitud para describir un éster-quat de metil-dietanol-amina que tiene un nivel de monoalquil-éster-quat de aproximadamente 10% o mayor. Se ha encontrado por los solicitantes de la presente invención que una mezcla formulada de un monoalquil-éster-quat de MDEA, es decir, MDEA que tiene un contenido elevado de monoéster, y un éster-quat de TEA proporciona una eficiencia de suavizado incrementada que es mejor que la obtenida con cualquiera de los componentes individuales (éster-quats de MDEA estándar con baja proporción de monoalquilo o éster-quats estándar de TEA).

Adicionalmente, los solicitantes han determinado que aun cuando los productos éster-quat individuales pueden formularse hasta 12 a 18% de sólidos, cuando los dos éster-quats se mezclan, como en la presente invención, la mezcla puede tener un contenido de sólidos de 25% o mayor. Además, la mezcla de inventiva de un éster-quat de MDEA con alta proporción de monoalquilo, es decir, MDEA que tiene un contenido elevado de monoéster, y un éster-quat de TEA forma una dispersión estable que mantiene estabilidad a largo plazo.

La composición suavizante de telas de la presente invención tiene un sinergismo definido que permite el uso de materias primas menos costosas que proporcionan resultados de suavizado mejorados. La composición suavizante de telas de la presente invención puede contener además otros quats mezclados con la mezcla inicial de éster-quat de MDEA rico en monoalquilo, es decir, MDEA que tiene un contenido elevado de monoéster, y un éster-quat de TEA que proporciona aún mejoras adicionales de suavizado así como formulaciones estables.

30

Normalmente, se sabe que las formulaciones que contienen cloruro de di-sebo-dimetil-amonio disponibles comercialmente se sabe que se espesan a lo largo del tiempo cuando están formuladas en una composición con alto contenido de sólidos con éster-quats de TEA o MDEA. En la presente invención, la mezcla de composición de éster-quat de MDEA con alta proporción de monoalquilo, es decir, MDEA que tiene un contenido elevado de monoéster, y éster-quat de TEA permite la formulación de un producto con alto contenido de sólidos térmicamente estable aun cuando se incorporen en ella otros quats convencionales.

35

La composición suavizante de telas de la presente invención, es decir, la mezcla de éster-quat de MDEA con alta proporción de monoalquilo (MDEA que tiene un contenido elevado de monoéster) y éster-quat de TEA, puede dispersarse en agua caliente para formar formulaciones con alto contenido de sólidos que son estables en las condiciones comerciales. El término “con alto contenido de sólidos” tal como se utiliza a lo largo de la presente solicitud designa un contenido de sólidos de aproximadamente 20% o mayor.

40

En términos generales, la presente invención se refiere a una composición suavizante de telas que comprende una mezcla de 15 a 65%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 35 a 85%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina, teniendo dicho éster-quat de metil-dietanol-amina un nivel de éster-quat rico en monoalquilo de 10% o mayor. A lo largo de esta solicitud, se utiliza el término “éster-quat de MDEA rico en monoalquilo” para describir el éster-quat de metil-dietanol-amina que tiene un nivel de mono-alquiléster-quat (es decir, mono-éster) de aproximadamente 10% o mayor.

50

La composición suavizante de telas de la presente invención puede contener más de un éster-quat de MDEA rico en monoalquilo y más de un éster-quat de TEA mezclados entre sí. Otros ingredientes/componentes que están presentes típicamente en una composición suavizante de telas pueden estar presentes o no en la mezcla de éster-quats TEA/MDEA de la invención. En algunas realizaciones de la presente invención, la mezcla está constituida esencialmente por el éster-quat de TEA y el éster-quat de MDEA; puede utilizarse agua en asociación con la mezcla TEA/MDEA dado que ello no afectaría sustancialmente a las propiedades suavizantes de la mezcla. Las mezclas de únicamente éster-quat TEA/MDEA (y opcionalmente agua) proporcionan suavidad incrementada sin necesidad de otros ingredientes/componentes suavizantes de telas.

55

La composición suavizante de telas de la presente invención puede contener también otros quats incorporados en ella. Otros quats que pueden añadirse a la formulación mezclada de la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: quats de cloruro de di-sebo-dimetilamonio, metil-sulfato de di-sebo-imidazolinio y metil-sulfato basados en amido-aminas.

60

La presente invención proporciona también una composición líquida suavizante de telas que comprende una mezcla de 15 a 65% en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 35 a 85% en peso de la mezcla de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina, teniendo dicho éster-quat de metil-dietanol-amina un nivel de mono-alquil-éster-quat de 10% o mayor; y agua.

65

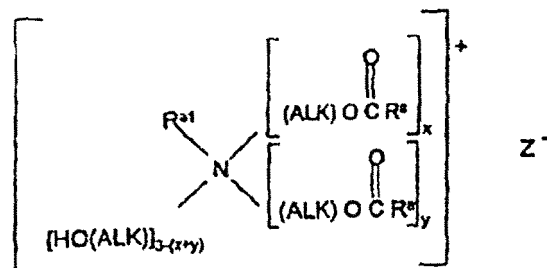
Descripción detallada de la invención

Como se ha expuesto anteriormente, la presente invención proporciona una composición suavizante de telas, sólida y líquida, que incluye al menos una mezcla de aproximadamente 15 a aproximadamente 65%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina (TEA) y de aproximadamente 35 a aproximadamente 85%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina (MDEA), teniendo dicho éster-quat de metil-dietanol-amina un nivel de mono-alquiléster-quat de aproximadamente 10% o mayor. Puede hacerse referencia en esta memoria al éster-quat de MDEA de la presente invención como un "éster-quat de MDEA rico en monoalquilo" o "éster-quat de MDEA con un contenido elevado de monoéster" dado que el mismo contiene 10% o más de un mono-alquiléster-quat. La composición líquida suavizante de telas incluye agua.

Más preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende desde 25 a 50%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y desde 50 a 75%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo. Todavía más preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende desde 30 a 45%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y desde 55 a 70%, en peso referido a la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo. Muy preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende desde 35 a 40%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y desde 60 a 65% en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo.

Como se ha expuesto anteriormente, el éster-quat de MDEA rico en monoalquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de monoéster, de la presente invención contiene aproximadamente 10% o más del mono-alquiléster-quat correspondiente presente en él. El componente mono-alquiléster, es decir, monoéster, es un sub-producto que se forma típicamente durante la síntesis del éster-quat de MDEA. En la técnica anterior, es conocida la utilización de éster-quats de MDEA que tienen un nivel bajo de componente mono-alquiléster. En la presente invención, sin embargo, el éster-quat de MDEA empleado tiene una proporción elevada de componente mono-alquiléster, es decir, monoéster, que está dentro del intervalo arriba mencionado. Más preferiblemente, el éster-quat de MDEA rico en monoalquilo de la presente invención contiene desde 15 a 50% del componente mono-alquiléster correspondiente. Todavía más preferiblemente, el nivel de componente mono-alquiléster presente en el éster-quat de MDEA es de 20 a 35%.

El término "éster-quat de TEA" se utiliza en la presente invención para designar un éster-quat que tiene la fórmula estructural siguiente:



en la cual cada R^a se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, sustituidos opcionalmente que tienen de 11 a 23 átomos de carbono; R^{al} es el resto alquilo o aralquilo del agente de alquilación, es decir, un alquilo C₁-C₄, preferiblemente C₁-C₃, lineal o ramificado o un aralquilo C₇-C₁₀; ALK es un alquilenos que tiene 2 átomos de carbono; Z⁻ es un anión suavizante compatible tal como, por ejemplo, un halógeno, CH₃SO₄⁻ o C₂H₅SO₄⁻; y x+y = la relación molar de ácido graso a trietanol-amina, a saber, 1,2 a 2,5. Más preferiblemente, cada R^a se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, sustituidos opcionalmente que tienen 11-21 átomos de carbono; R^{al} es metilo; ALK es un C₂H₄; y Z⁻ es un anión tal como Cl⁻, CH₃SO₄⁻, C₂H₅SO₄⁻, y otros aniones suavizantes análogos.

El éster-quat de TEA se prepara utilizando procedimientos convencionales que son bien conocidos por los expertos en la técnica. Por ejemplo, el éster-quat de TEA puede prepararse por reacción de al menos un ácido graso C₁₂-C₂₂, el producto de hidrogenación del mismo, o una mezcla de tales ácidos, con una trietanol-amina, opcionalmente en presencia de un catalizador ácido, en donde la reacción de ácido graso a metanol-amina es de 1,2 a 2,5. El producto de la reacción de éster-amina resultante se cuaterniza subsiguientemente para obtener el éster-quat de TEA de la presente invención.

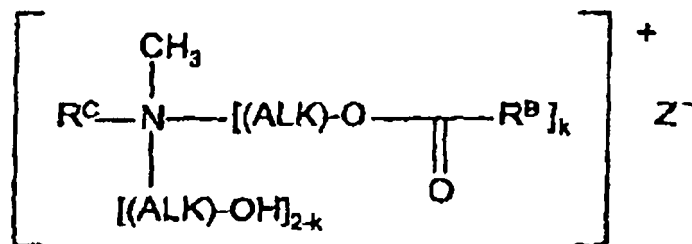
El ácido graso es preferiblemente un ácido C₁₆-C₂₂ que contiene un grado de insaturación tal que el valor de yodo ("IV") está comprendido en el intervalo de 0-150; preferiblemente, de 0-70, y más preferiblemente en el intervalo de 0-50. Ácidos grasos preferidos incluyen, pero sin carácter limitante: oleico, palmítico, erúico, eicosánico y mezclas de los mismos. Soja, sebo, sebo parcialmente hidrogenado, palma, almendra de palma, semilla de colza, lardo, coco, canola, cártamo, maíz, arroz, taloil y mezclas de los mismos y análogos son fuentes típicas de ácidos grasos que pueden emplearse en la presente invención. Los ácidos grasos pueden estar parcial o totalmente hidrogenados y pueden utilizarse mezclas de los aceites arriba mencionados u otros aceites o triglicéridos existentes naturalmente.

En caso requerido, puede emplearse hidrogenación parcial o hidrogenación total para minimizar los niveles de poliinsaturados a fin de mejorar la estabilidad (v.g., olor, color, etc) del producto final.

La relación molar de ácido graso a trietanol-amina está comprendida generalmente en el intervalo de 1,2 a 2,5, preferiblemente de 1,4-2,0, y más preferiblemente, en el intervalo de 1,6-1,9. Ejemplos de catalizadores ácidos que pueden emplearse en el presente proceso incluyen, pero sin carácter limitante: catalizadores ácidos tales como ácido sulfónico, ácido fosforoso, ácido p-tolueno-sulfónico, ácido metanosulfónico, ácido oxálico, ácido hipofosforoso o un ácido de Lewis aceptable en una cantidad de 500-3000 ppm basada en la cantidad de carga del ácido graso. Un catalizador ácido preferido es ácido hipofosforoso. Típicamente, puede emplearse en el presente proceso 0,02-0,2% en peso, y más preferiblemente 0,1 a 0,15% en peso de catalizador ácido, basado en el peso de ácido graso.

La esterificación de ácidos grasos con trietanol-amina se llevó a cabo a una temperatura de 170°C-250°C hasta que el producto de reacción tiene un índice de acidez inferior a 5. Después de la esterificación, el producto bruto se hace reacción con un agente de alquilación a fin de obtener el producto de amonio cuaternario. Agentes de alquilación preferidos incluyen C₁-C₄, más preferiblemente haluros de alquilo C₁-C₃, de cadena lineal o ramificada, fosfatos, carbonatos, o sulfatos, haluros de aralquilo C₇-C₁₀, fosfatos o sulfatos, y mezclas de los mismos. Ejemplos de agentes de alquilación preferidos empleados en la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: cloruro de metilo, cloruro de bencilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, fosfato de trimetilo, sulfato de dimetilo o mezclas de los mismos. La selección del tipo y cantidad de agente de alquilación empleado está perfectamente dentro de la destreza de un experto en la técnica.

El término “éster-quat de MDEA” se utiliza en la presente invención para designar un éster-quat que tiene la forma estructural siguiente:



en la cual R^B se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos que tienen de 11 a 23 átomos de carbono; ALK es un alquileo que tiene 2 átomos de carbono; k = la relación molar de ácido graso a MDEA, es decir, 1,2 a 1,7; R^C es un alquilo C₁-C₄, preferiblemente C₁-C₃, o un aralquilo C₇-C₁₀; y Z⁻ es un anión suavizante compatible tal como un halógeno, CH₃SO₄⁻ o C₂H₅SO₄⁻. Preferiblemente, R^B se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos que tienen de 11 a 21 átomos de carbono; ALK es C₂H₄; R^C es metilo; y Z⁻ es un anión tal como Cl⁻, CH₃SO₄⁻, y C₂H₅SO₄⁻.

El éster-quat de MDEA se prepara utilizando un procedimiento en el cual se obtiene un componente rico en monoalquil-éster, v.g., monoéster. Por ejemplo, el éster-quat de MDEA puede prepararse por reacción de al menos un ácido graso C₁₂-C₂₂, el producto de hidrogenación del mismo, o una mezcla de tales ácidos, con metil-dietanol-amina opcionalmente, en presencia de un catalizador ácido, en donde la relación de ácido graso a dietanol-amina es de 1,2 a 1,7. El producto de la reacción de éster-amina resultante se cuaterniza subsiguientemente para obtener el éster-quat de MDEA de la presente invención.

El ácido graso es preferiblemente un ácido C₁₆-C₂₂ que contiene un grado de insaturación tal que el valor de yodo (“IV”) está comprendido en el intervalo de 0-150, preferiblemente, de 0-70, y más preferiblemente en el intervalo de 0-50. Ácidos grasos preferidos incluyen, pero sin carácter limitante: oleico, esteárico, palmítico, erúxico, eicosánico y mezclas de los mismos. Soja, sebo, sebo parcialmente hidrogenado, palma, almendra de palma, semilla de colza, lardo, coco, canola, cártamo, maíz, arroz, taloil y mezclas de los mismos y análogos son fuentes típicas de ácidos grasos que pueden emplearse en la presente invención. Los ácidos grasos pueden estar parcial o totalmente hidrogenados y pueden utilizarse mezclas de los aceites arriba mencionados u otros aceites o triglicéridos existentes naturalmente.

En caso requerido, puede emplearse hidrogenación parcial o hidrogenación total, para minimizar los niveles de poliinsaturados a fin de mejorar la estabilidad (v.g., olor, color, etc.) del producto final.

La relación molar de ácido graso a dietanol-amina está comprendida generalmente en el intervalo de 1,2 a 1,7, preferiblemente de 1,2 a 1,5, y más preferiblemente, en el intervalo de 1,2-1,35. El catalizador ácido que puede utilizarse en el presente proceso incluye, pero sin carácter limitante: catalizadores ácidos tales como ácido sulfónico, ácido fosforoso, ácido p-toluenosulfónico, ácido metanosulfónico, ácido oxálico, ácido hipofosforoso o un ácido de Lewis aceptable en una cantidad de 500-3000 ppm basada en la cantidad de carga de ácido graso. Un catalizador ácido preferido es ácido hipofosforoso. Típicamente, puede emplearse en el presente proceso 0,02-0,2% en peso, y más preferiblemente 0,1 a 0,15% en peso de catalizador ácido, basado en el peso de ácido graso.

ES 2 289 559 T3

La esterificación de ácidos grasos con dietanol-amina se lleva a cabo a una temperatura de 170°C-250°C, hasta que el producto de reacción tiene un índice de acidez inferior a 5. Después de la esterificación, el producto bruto se hace reaccionar con un agente de alquilación a fin de obtener el producto de amonio cuaternario. Agentes de alquilación preferidos incluyen haluros, fosfatos, carbonatos, o sulfatos de alquilo C₁-C₄, más preferiblemente C₁-C₃, de cadena lineal o ramificada, haluros, fosfatos o sulfatos de aralquilo C₇-C₁₀, y mezclas de los mismos. Ejemplos de agentes de alquilación preferidos empleados en la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: cloruro de metilo, cloruro de bencilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, fosfato de trimetilo, sulfato de dimetilo o mezclas de los mismos. La selección de tipo y cantidad de agente de alquilación empleado está perfectamente dentro de la experiencia de un experto en la técnica.

Debido a la síntesis empleada en la fabricación del éster-quat de MDEA, está presente típicamente un componente mono-alquiléster, v.g., monoéster. En la presente invención, el componente mono-alquil-éster está presente típicamente en una cantidad de 10% o mayor.

Como se ha expuesto anteriormente, la composición suavizante de telas de la presente invención incluye una mezcla de al menos un éster-quat de TEA y al menos un éster-quat de MDEA rico en mono-alquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de mono-éster. Esto es, la composición suavizante de telas de la presente invención es un producto que se obtiene por mezcla del éster-quat de TEA con el éster-quat de MDEA rico en mono alquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de monoéster. La presente invención no incluye un producto en el cual se proporciona primeramente una pre-mezcla de aminas y después de ella la pre-mezcla de aminas se esterifica y cuaterniza.

El paso de mezcla de la presente invención se lleva a cabo utilizando procedimientos bien conocidos por los expertos en la técnica. En particular, la mezcla se lleva a cabo en un aparato que contiene un agitador. Los éster-quats individuales se añaden al aparato en cualquier orden y se inicia luego la agitación.

De acuerdo con la presente invención, la mezcla comprende de 15 a 65%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 35 a 85%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de mono-éster. Más preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende de 25 a 50%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 50 a 75% en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo. Todavía más preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende desde 30 a 45%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 55 a 70%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo. Muy preferiblemente, la mezcla de la presente invención comprende desde 35 a 40%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 60 a 65%, en peso de la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina rico en monoalquilo.

La mezcla sólida suavizante de telas de la presente invención puede formularse en un suavizante de telas acuoso, es decir, líquido por adición de agua al producto mezclado. La cantidad de agua añadida al producto mezclado es típicamente de 250 a 5000 ml por 100 gramos de producto mezclado. Más preferiblemente, la cantidad de agua añadida es de 900 a 300 ml de agua por 100 gramos de producto mezclado.

El producto éster-quat de TEA/MDEA mezclado de la presente invención tiene un contenido de sólidos, tal como se mide por evaporación en horno, de 10 a 30%. Más preferiblemente, el contenido de sólidos del producto mezclado de la presente invención es de 20 a 28%.

El producto mezclado de la presente invención puede incluir también otros compuestos de amonio cuaternario con inclusión de compuestos cuaternarios de di-éster-amonio, compuestos cuaternarios basados en imidazolinio, y compuestos cuaternarios basados en amido-aminas que son bien conocidos por los expertos en la técnica. Ejemplos de algunos compuestos cuaternarios opcionales que pueden emplearse preferiblemente en la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: cloruro de di-sebo-dimetilamonio, metil-sulfato de di-sebo-imidazolinio, compuestos cuaternarios basados en amido-aminas y similares a los mismos, con inclusión de mezclas de los mismos.

Los otros quats pueden añadirse durante o después del proceso de mezcla inicial. La cantidad de otros quats que pueden utilizarse en la presente invención es de 0 a 60%, basada en la mezcla total, siendo más preferida una cantidad de otro quat opcional de 0 a 20%.

Los otros quats empleados en la presente invención son típicamente difíciles de formular en formulaciones con alto contenido de sólidos. En la presente invención, la mezcla de éster-quats de TEA/MDEA permite la utilización de otros quats en una formulación con alto contenido de sólidos.

La mezcla formulada de un éster-quat de MDEA rico en monoalquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de monoéster, y un éster-quat de TEA proporciona una eficiencia de suavizado incrementada que es mejor que la obtenida con cualquiera de los componentes individuales.

Adicionalmente, los solicitantes han determinado que aunque los productos individuales pueden formularse hasta 12 a 18% de sólidos, cuando los dos éster-quats se mezclan uno con otro, como en la presente invención, la mezcla puede tener un contenido de sólidos de 25% o mayor. Además, la mezcla de inventiva de un éster-quat de MDEA rico

ES 2 289 559 T3

en monoalquilo, es decir, éster-quat de MDEA con un alto contenido de monoéster, y un éster-quat de TEA forma una dispersión estable que mantiene la estabilidad a largo plazo.

Aunque la estabilidad de la composición suavizante de telas de la presente invención es tal que no se requieren co-
agentes tensioactivos estabilizadores, los mismos pueden incluirse sin embargo junto con una gran diversidad de otros
ingredientes opcionales. Una descripción no limitante de algunos de los ingredientes opcionales que pueden emplearse
en la composición suavizante de telas de la presente invención se proporciona a continuación. Estos ingredientes
opcionales pueden añadirse antes o después del proceso de mezcla inicial.

I.) *Adyuvantes de Viscosidad/Dispersabilidad*

Como se ha mencionado arriba, pueden prepararse composiciones relativamente concentradas de la mezcla de in-
ventiva que son estables, sin la adición de adyuvantes de concentración. Sin embargo, las composiciones de la presente
invención pueden requerir adyuvantes de concentración orgánicos y/o inorgánicos para pasar a concentraciones mayo-
res aún y/o satisfacer valores estándar de mayor estabilidad dependiendo de los otros ingredientes. Estos adyuvantes de
concentración, que son típicamente modificadores de la viscosidad, pueden ser necesarios o preferidos, para asegurar
estabilidad en condiciones extremas cuando están presentes niveles activos de suavizantes particulares en relación con
el IV.

Adyuvantes de Concentración Tensioactivos

Los adyuvantes de concentración tensioactivos están comprendidos típicamente en cuatro categorías:

(1) agentes tensioactivos catiónicos mono-alquílicos de cadena larga;

(2) agentes tensioactivos no iónicos;

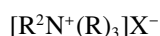
(3) óxidos de aminas; y

(4) ácidos grasos.

Por supuesto, pueden emplearse también mezclas de los adyuvantes de concentración tensioactivos arriba mencio-
nados.

(1) Agentes Tensioactivos Catiónicos Mono-Alquílicos de Cadena Larga

Los agentes tensioactivos catiónicos monoalquílicos preferidos de cadena larga o basados en ésteres solubles en
agua caen generalmente dentro del alcance de la fórmula general siguiente:



en donde el grupo R^2 es un grupo hidrocarbonado C_8 - C_{22} , preferiblemente un grupo alquilo C_{12} - C_{18} o el grupo in-
terrumpido con enlace éster correspondiente con un grupo alquileo de cadena corta (C_1 - C_6) entre el enlace éster y el
N, y que tiene un grupo hidrocarbonado similar. Cada R es un alquilo C_1 - C_6 insustituido o sustituido (v.g., con hidroxil)
o hidrógeno, preferiblemente metilo, y el ion de carga opuesta X^- es un anión suavizante compatible tal como, por
ejemplo, cloruro, bromuro, metil-sulfato, etc.

Los agentes tensioactivos catiónicos, en caso de estar presentes, se añaden usualmente a las composiciones sólidas
a un nivel de 0% a 15%, preferiblemente de 3% a 15%, más preferiblemente de 5% a 15%. En las composiciones
líquidas, aquéllos se emplean usualmente a un nivel de 0% a 15%, preferiblemente de 0,5% a 10%. En general,
la cantidad total de agente tensioactivo catiónico con una sola cadena larga se añade en una cantidad eficaz para
obtener una composición estable. Los niveles que anteceden representan la cantidad del agente tensioactivo catiónico
monoalquílico de cadena larga que se añade a la composición de la presente invención.

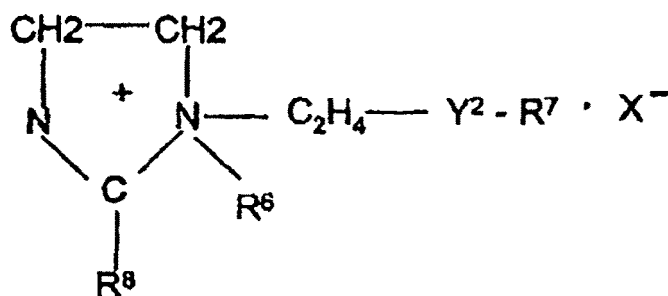
El grupo de cadena larga R^2 del agente tensioactivo catiónico monoalquílico de cadena larga contiene generalmente
un grupo alquileo que tiene desde aproximadamente 10 a aproximadamente 22 átomos de carbono, con preferencia
desde aproximadamente 12 a aproximadamente 16 átomos de carbono para composiciones sólidas, y con preferencia
desde aproximadamente 12 a aproximadamente 18 átomos de carbono para composiciones líquidas.

Este grupo R^2 puede estar unido al átomo de nitrógeno catiónico por un grupo que contiene uno, o más grupos
enlazadores éster, amida, éter, amina, etc., preferiblemente éster, que pueden ser deseables para mejorar el carácter
hidrófilo, la biodegradabilidad, etc. Tales grupos enlazadores se encuentran preferiblemente dentro de aproximada-
mente tres átomos de carbono del átomo de nitrógeno. Agentes tensioactivos catiónicos adecuados monoalquílicos
biodegradables de cadena larga que contienen un enlace éster en la cadena larga se describen en la Patente U.S. No.
4.840.738, que se incorpora en esta memoria por referencia. Si se utilizan las aminas no cuaternarias correspondientes,
cualquier ácido (preferiblemente un ácido mineral o policarboxílico) que se añada para mantener los grupos éster esta-
bles mantendrá también la amina protonizada en las composiciones, y preferiblemente durante el aclarado con tal que

la amina tenga un grupo catiónico. La composición se tampona (pH de 2 a 5, preferiblemente de 2 a 4) para mantener una densidad de carga eficaz apropiada en el producto concentrado líquido acuoso y después de dilución ulterior, v.g. para formar un producto menos concentrado y/o por adición al ciclo de aclarado de un proceso de lavado.

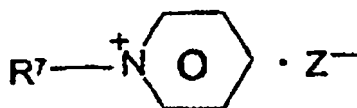
La función principal del agente tensioactivo catiónico soluble en agua es rebajar la viscosidad y/o aumentar la dispersabilidad de la composición suavizante de telas de la presente invención, y no es, sin embargo, esencial que el agente tensioactivo catiónico propiamente dicho tenga propiedades suavizantes sustanciales, aunque puede suceder esto. Asimismo, agentes tensioactivos que tienen únicamente una sola cadena de alquilo, probablemente debido a que los mismos tienen mayor solubilidad en agua, pueden proteger la composición suavizante de telas de la presente invención contra la interacción con agentes tensioactivos aniónicos y/o mejoradores de detergentes que son arrastrados al aclarado.

Pueden utilizarse también otros materiales catiónicos con estructuras cíclicas tales como alquil-imidazolina, imidazolinio, piridina, y sales de piridinio que tienen una cadena alquilo C_{12} - C_{30} . Algunas sales de alquil-imidazolinio útiles en la presente invención tienen la fórmula general:



en donde Y^2 es $-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$, $-\text{O}(\text{O})\text{C}-$, $-\text{C}(\text{O})-\text{N}(\text{R}^5)-$, o $-\text{N}(\text{R}^5)-\text{C}(\text{O})-$ en la cual R^5 es hidrógeno o un radical alquilo C_1 - C_4 ; R^6 es un radical alquilo C_1 - C_4 ; R^7 y R^8 se seleccionan cada uno independientemente de R y R^2 como se define anteriormente en esta memoria para el agente tensioactivo catiónico con una sola cadena larga, siendo únicamente uno de ellos R^2 .

Algunas sales de alquil-piridinio útiles en la presente invención tienen la fórmula general:



en donde R^2 y X^- son como se define arriba. Un material típico de esta clase es cloruro de cetil-piridinio.

(2) Agentes tensioactivos no iónicos - Materiales alcoxilados

Los agentes tensioactivos no iónicos adecuados como modificadores de viscosidad/dispersabilidad incluyen los productos de adición de óxido de etileno y/u propileno con alcoholes grasos, ácidos grasos, aminas grasas, etc. Cualquiera de los materiales alcoxilados descritos más adelante en esta memoria pueden utilizarse como el agente tensioactivo no iónico. En términos generales, los compuestos no iónicos de esta memoria pueden emplearse en composiciones sólidas a un nivel de 5% a 20%, preferiblemente de 8% a 15%, y en composiciones líquidas a un nivel de 0% a 5%, con preferencia de 0,1% a 5%, más preferiblemente de 0,2% a 3%.

Los agentes tensioactivos no iónicos solubles en agua adecuados caen generalmente dentro del alcance de la fórmula general siguiente:



en donde R^2 se selecciona para composiciones tanto sólidas como líquidas del grupo constituido por grupos alquénil-hidrocarbilo primarios, secundarios y de cadena ramificada; y grupos hidrocarbilo fenólicos sustituidos con alquilo y alquénilo primarios, secundarios y de cadena ramificada; teniendo dichos grupos hidrocarbilo una longitud de cadena hidrocarbilo de 8 a 20, preferiblemente de 10 a 18 átomos de carbono. Más preferiblemente, la longitud de la cadena hidrocarbilo para composiciones líquidas es de aproximadamente 16 a aproximadamente 18 átomos de carbono, y para composiciones sólidas de 10 a 14 átomos de carbono. En la fórmula general para los agentes tensioactivos etoxilados no iónicos de esta memoria, Y es típicamente $-\text{O}-$, $-\text{C}(\text{O})-$, $-\text{C}(\text{O})\text{N}(\text{R})-$, o $-\text{C}(\text{O})\text{N}(\text{R})\text{R}-$, en donde R , en caso de estar presente, tiene los significados dados anteriormente en esta memoria, y/o R puede ser hidrógeno, y z es al menos 8, preferiblemente al menos 10-11. La eficiencia, y usualmente la estabilidad de la composición suavizante disminuyen cuando están presentes menos grupos etoxilato.

Los agentes tensioactivos no iónicos de esta memoria se caracterizan por un parámetro HLB (balance hidrófilo/lipófilo) de 7 a 20, preferiblemente de 8 a 15. El parámetro HLB del agente tensioactivo está determinado en su mayor parte por la definición de R^2 y el número de grupos etoxilato. Sin embargo, se prefiere que para composiciones líquidas concentradas, los agentes tensioactivos no iónicos contengan grupos R^2 de cadena relativamente larga y estén relativamente muy etoxilados. Si bien los agentes tensioactivos de cadena alquilo más corta que tienen grupos etoxilados cortos pueden poseer el HLB requerido, los mismos no son tan eficaces.

Agentes tensioactivos no iónicos que pueden emplearse en la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: en los ejemplos, el número de grupos etoxilo en la molécula (EO) se define por un número entero.

(i) *Alcoxilatos de Alcoholes Primarios de Cadena Lineal*

Los deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, y pentadeca-etoxilatos de n-hexadecanol, y n-octadecanol que tienen un HLB dentro del intervalo preferido son útiles como modificadores de viscosidad/dispersabilidad en el contexto de la presente invención. Ejemplos preferidos de alcoholes primarios etoxilados útiles en esta memoria incluyen, pero sin carácter limitante: n-C₁₈EO(10) y n-C₁₀EO(11). Los etoxilatos de alcoholes mixtos naturales o sintéticos en el intervalo de la longitud de cadena de "sebo" son también útiles en esta invención. Ejemplos específicos de tales materiales incluyen sebo-alcohol-EO(11), sebo-alcohol-EO(18), y sebo-alcohol-EO(25).

(ii) *Alcoxilatos de Alcoholes Secundarios 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 dentro del intervalo preferido son modificadores de viscosidad/dispersabilidad útiles en el contexto de la presente invención. Ejemplos de alcoholes secundarios etoxilados útiles en esta invención como los modificadores de viscosidad/dispersabilidad de las composiciones incluyen, pero sin carácter limitante: 2-C₁₆EO(11); 2-C₂₀EO(11); y 2-C₁₆EO(14).

(iii) *Alcoxilatos de Alquifénol*

Como sucede en el caso de los alcoxilatos de alcoholes, los hexa- a octadeca-etoxilatos de fenoles alquilados, particularmente alquifénoles monovalentes, que tienen un HLB dentro del intervalo preferido son útiles como los modificadores de viscosidad/dispersabilidad. Los hexa- a octadeca-etoxilatos de p-tridecilfenol, m-pentadecilfenol, y análogos, son útiles en esta invención. Ejemplos preferidos de alquifénoles etoxilados útiles como los modificadores de viscosidad/dispersabilidad incluyen, pero sin carácter limitante: p-tridecilfenol EO(11) y p-pentadecilfenol EO(18).

Esta reconocido generalmente por las personas con experiencia ordinaria en la técnica que un grupo fenilo en la fórmula no iónica es el equivalente de un grupo alquileo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono. Para el presente propósito, agentes tensioactivos no iónicos que contienen grupo fenileno se considera que contienen un número equivalente de átomos de carbono calculado como la suma de los átomos de carbono en el grupo alquilo más 3,3 átomos de carbono por cada grupo fenileno.

(iv) *Alcoxilatos Olefínicos*

Los alquénil-alcoholes, tanto primarios como secundarios, y alquénil-fenoles correspondientes a los descritos anteriormente en esta memoria pueden estar etoxilados hasta un valor HLB dentro del intervalo citado en esta memoria y pueden utilizarse como los modificadores de viscosidad/dispersabilidad en las composiciones de la presente invención.

(v) *Alcoxilatos de Cadena Ramificada*

Alcoholes primarios y secundarios de cadena ramificada que están disponibles por el bien conocido proceso "OXO" pueden estar etoxilados y emplearse como los modificadores de viscosidad/dispersabilidad en las presentes composiciones.

Los agentes tensioactivos no iónicos etoxilados resumidos anteriormente en esta memoria pueden emplearse útilmente en las presentes composiciones, sea solos o en mezclas específicas.

(3) *Óxidos de Aminas*

Óxidos de aminas adecuados incluyen, pero sin carácter limitante: aquéllos que tienen un resto alquilo o hidroxialquilo de 8 a 28 átomos de carbono, preferiblemente de 8 a 16 átomos de carbono, y dos restos alquilo seleccionados del grupo constituido por grupos alquilo y grupos hidroxialquilo con 1 a 3 átomos de carbono. Los óxidos de aminas, en caso de emplearse, están presentes generalmente en las composiciones sólidas a un nivel de 0% a 15%, preferiblemente de 3% a 15%; y en las composiciones líquidas a un nivel de 0% a 5%, preferiblemente de 0,25% a 2%. La cantidad total de óxido de amina está presente generalmente en una cantidad eficaz para proporcionar una composición estable.

Ejemplos preferidos de óxidos de aminas que pueden emplearse en la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: óxido de dimetiloctilamina, óxido de dietildecilamina, óxido de bis-(2-hidroxietyl)dodecilamina, óxido

de dimetil-dodecilamina, óxido de dipropiltetradecilamina, óxido de metiletilhexadecilamina, óxido de dimetiloctadecilamina, óxido de di(2-hidroxietil)octildecilamina y óxido de alquil-dimetilamina grasa de coco.

(4) Ácidos grasos y/o ácidos grasos alcoxilados

Ácidos grasos adecuados incluyen los que contienen de 12 a 25, preferiblemente de 13 a 22, más preferiblemente de 16 a 20, átomos de carbono totales, conteniendo el resto graso de 10 a 22, preferiblemente de 10 a 18, más preferiblemente de 10 a 14 átomos de carbono. Los ácidos grasos están presentes típicamente a aproximadamente los niveles arriba reseñados para óxidos de aminas. Ácidos grasos alcoxilados preparados por relación de óxido de alquileo con los ácidos grasos mencionados anteriormente pueden emplearse también preferiblemente en las composiciones de la presente invención.

Adyuvantes de concentración de electrolitos

Agentes de control de la viscosidad inorgánicos que pueden actuar también como, o aumentar el efecto de los adyuvantes de concentración de agentes tensioactivos incluyen: sales ionizables solubles en agua. Dichas sales pueden incorporarse también opcionalmente en las composiciones suavizantes de telas de la presente invención. Pueden utilizarse una gran diversidad de sales ionizables. Ejemplos de sales adecuados incluyen, pero sin carácter limitante: los haluros de los metales de Grupo IA y IIA de la Tabla Periódica de los Elementos, v.g., cloruro de calcio, cloruro de magnesio, cloruro de sodio, bromuro de potasio, y cloruro de litio. La cantidad de sales ionizables utilizables depende de la cantidad de ingredientes activos utilizados en las composiciones. Niveles típicos de sales utilizadas para controlar la viscosidad de la composición son de 20 a 20.000 ppm, preferiblemente de 20 a 11.000 ppm, en peso referido a la composición.

Pueden incorporarse sales de alquileo-poliamonio en la composición para conferir controles de la viscosidad además de, o en lugar de, las sales ionizables solubles en agua arriba descritas. Adicionalmente, estos aceites pueden actuar como agentes de barrido, formando pares iónicos con el detergente aniónico arrastrado del lavado principal al aclarado, y pueden mejorar la eficiencia de suavizado. Estos agentes pueden estabilizar la viscosidad en un intervalo más amplio de temperatura, en especial a temperaturas bajas, comparados con los electrolitos inorgánicos. Algunos ejemplos de sales de alquileo-poliamonio incluyen, pero sin carácter limitante, monohidrocloreto de L-lisina y dihidrocloreto de 1,5-diamonio-2-metilpentano.

II) Estabilizadores

Pueden emplearse también opcionalmente estabilizadores en las composiciones de la presente invención. El término "estabilizador", tal como se utiliza en esta memoria, incluye antioxidantes y agentes reductores. Estos agentes están presentes típicamente a niveles de 0% a 2%, con preferencia de 0,01% a 0,2%, más preferiblemente de 0,05% a 0,1% para los antioxidantes y más preferiblemente de 0,01% a 0,2% para los agentes reductores. Los estabilizadores proporcionan una estabilidad satisfactoria del olor en condiciones de almacenamiento a largo plazo. Ejemplos de antioxidantes que pueden emplearse en las composiciones de la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: una mezcla de ácido ascórbico, palmitato ascórbico, y galato de propilo; una mezcla de BHT (hidroxitolueno butilado), BHA (hidroxianisol butilado), galato de propilo, y ácido cítrico; hidroxitolueno butilado; butilhidroquinona terciaria; tocoferoles naturales, e hidroxianisol butilado; ésteres de cadena larga (C₈-C₂₂) de ácido gálico tales como galato de dodecilo; y análogos.

Ejemplos de agentes reductores incluyen, pero sin carácter limitante: borohidruro de sodio, bisulfito de sodio, ácido hipofosforoso, y mezclas de los mismos.

Ingredientes opcionales adicionales

Agente de Desprendimiento de la Suciedad

La composición suavizante de telas de la presente invención puede contener opcionalmente de 0,1% a 10%, preferiblemente de 0,2% a 5%, de un agente de desprendimiento de la suciedad. Preferiblemente, el agente de desprendimiento de la suciedad es un agente de desprendimiento de la suciedad polímero tal como uno que contiene bloques copolímeros de tereftalato y óxido de polietileno y óxido de polipropileno, gomas guar catiónicas y análogos. La Patente U.S. No. 4.956.447, que se incorpora en esta memoria por referencia, describe algunos agentes de desprendimiento de la suciedad preferidos que comprenden grupos funcionales catiónicos.

Los derivados celulósicos son también funcionales como agentes de desprendimiento de la suciedad. Ejemplos de tales agentes incluyen, pero sin carácter limitante: hidroxietéres de celulosa, metil-celulosa, hidroxipropil-metilcelulosa, hidroxibutil-metilcelulosa o mezclas de los mismos en las cuales dicho polímero celulósico tiene una viscosidad en solución acuosa al 2% a 20°C de 15 a 75.000 centipoises. Otros agentes de desprendimiento de la suciedad eficaces son gomas guar catiónicas.

Bactericidas

Ejemplos de bactericidas que pueden emplearse en las composiciones de la presente invención incluyen, pero sin carácter limitante: parabenos tales como metil-aldehído glutárico, formaldehído, 2-bromo-2-nitropropano-1,3-diol, y una mezcla de 5-cloro-2-metil-4-isotiazolina-3-ona y 2-metil-4-isotiazolina-3-ona. Niveles típicos de bactericidas utilizados en las presentes composiciones son 1 ppm a 2.000 ppm en peso referido a la composición, dependiendo del tipo de bactericida seleccionado.

Siliconas

Puede añadirse a la composición de la presente invención dimetil-polisiloxano (silicona) o silicona modificada, a fin de mejorar la propiedad de suavizado y la absorbencia de agua de la sal de amonio cuaternario insaturada de fórmula (I)-(III). Dimetilpolisiloxano o una silicona modificada, que tenga una viscosidad de 20-10.000 cps a 25°C, se prefiere.

Siliconas modificadas útiles en la presente invención incluyen, por ejemplo, silicona modificada con polioxietileno y silicona modificada con amino, en donde la cantidad de la modificación es preferiblemente menor que 10%.

Es preferible que el dimetil-polisiloxano o las siliconas modificadas estén emulsionados con un agente tensioactivo no iónico de tipo polioxietileno o un agente catiónico de tipo monoalquilcatiónico o dialquilcatiónico antes de su utilización.

Otros Componentes Opcionales

La presente invención puede incluir otros componentes opcionales utilizados convencionalmente en composiciones de tratamiento de tejido, por ejemplo, colorantes, conservantes, abrillantadores ópticos, opacificadores, agentes de acondicionamiento de telas, agentes tensioactivos, estabilizadores tales como goma guar, agentes anti-encogido, agentes anti-arrugas, agentes de almidonado de telas, agentes anti-mancha, fungicidas, agentes anti-corrosión, agentes antiespumantes, etcétera.

Un agente suavizante adicional opcional de la presente invención es un material suavizante de telas no iónico. Típicamente, tales materiales suavizantes de telas no iónicos tienen un HLB de 2 a 9, más típicamente de 3 a 7. Los materiales suavizantes de telas no iónicos que anteceden tienden a dispersarse fácilmente por sí mismos, o cuando se combinan con otros materiales tales como agente tensioactivo catiónico monoalquilico de cadena larga, los materiales que se exponen más adelante en esta memoria, uso de agua más caliente, uso de agua más caliente, y/o con más agitación. En general, los materiales seleccionados debían ser relativamente cristalinos, de punto de fusión más elevado, (v.g., 50°C o mayor) y relativamente insolubles en agua.

El nivel de suavizante no iónico opcional en la composición sólida es típicamente de 10% a 40%, y preferiblemente de 15% a 30%. El nivel de suavizante no iónico opcional en la composición líquida es típicamente de 0,5% a 10%, preferiblemente de 1% a 5%. Suavizantes no iónicos preferidos son ésteres parciales de ácidos grasos de alcoholes polivalentes, o anhídridos de los mismos, en donde el alcohol, o anhídrido, contiene de 2 a 18, preferiblemente de 2 a 8, átomos de carbono, y cada resto de ácido graso contiene de 12 a 30, preferiblemente de 16 a 20 átomos de carbono. Típicamente, tales suavizantes contienen desde aproximadamente 1 a 3, preferiblemente 2 grupos ácido graso por molécula.

La porción de alcohol polivalente del éster puede ser etilenglicol, glicerol, poli (v.g., di-, tri-, tetra-, penta-, y/o hexa-) glicerol, xilitol, sacarosa, eritritol, pentaeritritol, sorbitol o sorbitán. Los ésteres de sorbitán y monoestearato de poliglicerol son particularmente preferidos. La porción de ácido graso del éster se deriva normalmente de ácidos grasos que tienen desde aproximadamente 12 a aproximadamente 30, con preferencia desde aproximadamente 16 a aproximadamente 20 átomos de carbono, siendo ejemplos típicos de tales ácidos grasos ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y ácido bohémico.

Ejemplos de ésteres de sorbitán que pueden emplearse en la composición suavizante de la presente invención incluyen: monolaurato de sorbitán, monomiristato de sorbitán, monopalmitato de sorbitán, monobehenato de sorbitán, monooleato de sorbitán, dilaurato de sorbitán, dimiristato de sorbitán, dipalmitato de sorbitán, diestearato de sorbitán, dibehenato de sorbitán, dioleato de sorbitán, y mezclas de los mismos, y mono- y di-ésteres de sebo-álquil-sorbitán mixtos. Tales mezclas se preparan fácilmente por reacción de los sorbitanes hidroxil-sustituídos que anteceden, particularmente los 1,4- y 1,5-sorbitanes, con el ácido o cloruro de ácido correspondiente en una reacción de esterificación simple. Debe reconocerse, por supuesto, que los materiales comerciales preparados de esta manera comprenderán mezclas que contienen usualmente proporciones menores de sorbitol no cíclico, ácidos grasos, polímeros, estructuras de isosorbida, etcétera.

Los ejemplos siguientes se proporcionan para ilustrar la composición suavizante de telas de la presente invención así como algunas ventajas que pueden obtenerse a partir de ella.

Ejemplo 1

Este ejemplo muestra que el uso de una proporción elevada de mono-alquilo en el éster-quat de MDEA, es decir, éster-quat de MDEA con un contenido elevado de monoéster, permite que el éster-quat de TEA se formule con mayor proporción de sólidos que tiene propiedades suavizantes elevadas. Este ejemplo muestra también que una mezcla de éster-quat de MDEA estándar (monoéster con proporción baja o proporción baja de mono-alquilo) con resultados del éster-quat de TEA estándar en un producto mezclado que se comporta menos eficazmente que el éster-quat de MDEA puro y mejor que el éster-quat de TEA estándar. Estos datos muestran lo que podría esperarse, siendo la eficiencia mejor que el simple efecto aditivo de los dos suavizantes que se mezclan. Los datos para las composiciones de la presente invención, por otra parte, ilustran una sinergia verdadera, que no es aditiva.

La eficacia suavizante de una formulación se determinó en este ejemplo juzgando la suavidad de toallas de mano de algodón lavadas de manera idéntica y aclaradas con una cantidad conocida de una formulación suavizante presente. Se utilizó un panel para evaluar las toallas por suavidad (1 para la peor, 2 para la peor en segundo lugar, etc. hasta el número de formulaciones que se evaluaban) sin que se permitieran empates de ningún tipo. El total de las evaluaciones de cada formulación se computa y se utilizó análisis estadístico (Test de Rangos Simples de Freidman) para determinar si existía una diferencia estadística para nivel de confianza de 95% entre las formulaciones.

Los resultados del test de clasificación simple se proporcionan en forma abreviada. En particular, la suavidad se clasifica por el orden de su número de rango total y precedida por una o varias letras. Si dos suavizantes comparten una letra común, los mismos son estadísticamente iguales. Las formulaciones que no comparten una letra se juzgaron como estadísticamente diferentes, y la formulación clasificada en primer lugar era superiores suavizado. El número que sigue a la @ representa la dosificación de los materiales activos suavizantes/peso seco de la colada de tela a tratar, y este resultado se multiplica por 100 por ciento. En este ejemplo se emplearon condiciones de lavado típicas de Norte América.

Muestras de éster-quat de MDEA y éster-quat de TEA (técnica anterior) producidas a partir de 20 materias primas con 20 IV se compararon con las versiones normales y se observó lo siguiente:

- A éster-quat de MDEA @ 0,2
- A éster-quat de MDEA 20 IV @ 0,2
- B éster-quat de TEA @ 0,2
- B éster-quat de TEA 20 IV @ 0,2

Los datos que anteceden ilustran que el éster-quat de MDEA era estadísticamente mejor que el éster-quat de TEA.

Se comparó éster-quat de MDEA rico en mono (26%) (técnica anterior) con éster-quat de MDEA Commercial Brand, suavizante B Commercial Brand y suavizante C Commercial Brand, y se observaron los resultados siguientes:

- A éster-quat de MDEA rico en mono @ 0,2
- A éster-quat de MDEA rico en mono @ 0,175
- B éster-quat de MDEA Commercial Brand @ 0,2
- B suavizante B Commercial Brand @ 0,2
- C suavizante C Commercial Brand @ 0,3

Los datos que anteceden demuestran que el éster-quat de MDEA rico en mono era estadísticamente superior a los Suavizantes A, B y C Commercial Brand, y estadísticamente superior al éster-quat de MDEA Commercial Brand incluso cuando se utilizó a una clasificación inferior.

Se prepararon mezclas 50:50 de éster-quat de MDEA rico en mono con éster-quat de TEA de 20 IV y 50 IV, para 25% de sólidos. Estas muestras se compararon con éster-quat de MDEA Commercial Brand para adición igual en volumen. Los resultados fueron:

- A MDEA/TEA IV 20 (1:1) 15 ml
- A MDEA/TEA IV 50 (1:1) 15 ml
- A Éster-quat de MDEA Commercial Brand 15 ml

Los datos anteriores demuestran que el éster-quat de MDEA rico en mono mezclado con éster-quat de TEA en una relación 1:1 puede formularse para niveles de sólidos altos y es equivalente al éster-quat de MDEA Commercial Brand sobre la base de volúmenes iguales.

ES 2 289 559 T3

Se mezclaron diversos éster-quats de TEA que representaban diferentes relaciones molares de ácido graso a TEA con éster-quat de MDEA 50:50 con alto contenido de mono y se compararon con éster-quat de MDEA Commercial Brand, observándose los resultados siguientes:

- 5 A Éster-quat de MDEA rico en mono @ 0,2
B Éster-quat de MDEA Commercial Brand
B,C Relación molar 1,5 FA/TEA @ 0,2
10 B,C Relación molar 1,75 FA/TEA @ 0,2
C Relación molar 2,25 FA/TEA @ 0,2

- 15 El éster-quat de MDEA rico en mono era estadísticamente superior al éster-quat de MDEA Commercial Brand. Se prefirió una relación molar baja de ácido graso a TEA, y tales mezclas eran equivalentes al éster-quat de MDEA Commercial Brand.

- 20 El éster-quat de MDEA con alta producción de mono utilizado en los experimentos anteriores tenía un IV de 20. Se utilizó una muestra nueva de éster-quat de MDEA rico en mono que tenía un IV de 50. Mezclas con éster-quat de TEA se ensayaron contra éster-quat de MDEA Commercial Brand y se observó lo siguiente:

- A Éster-quat de MDEA rico en mono (IV 50) @ 0,2
25 A,B Éster-quat de MDEA rico en mono (IV 50)/éster-quat de TEA (3:1) @ 0,2
B Éster-quat de MDEA rico en mono (IV 50)/éster-quat de TEA (1:1) @ 0,2
B Éster-quat de MDEA Commercial Brand @ 1,2

- 30 El éster-quat de MDEA rico en mono (IV 50) se comportaba estadísticamente mejor que el éster-quat Commercial Brand. Las mezclas de éster-quat de TEA son mejores, pero no estadísticamente mejores que el éster-quat de MDEA Commercial Brand.

- 35 Una mezcla 50:50 de éster-quat de MDEA rico en mono y éster-quat de TEA con una relación FA/TEA 1,6 se comparó con éster-quat Commercial Brand, una mezcla 50:50 de éster-quat regular de TEA con éster-quat de MDEA rico en mono, y una mezcla 3:1 de MDEA rico en mono y ADOGEN® 470 (un cloruro de di-sebo-dimetilamonio suministrado por Goldschmidt Chemical Corporation) y se observó lo siguiente:

- 40 A Éster-quat de MDEA en mezcla 3:1 rico en mono/ADOGEN® 470 @ 0,2
B Éster-quat de MDEA rico en mono/relación 1,6 FA/TEA éster-quat (1:1) @ 0,2
B Éster-quat de MDEA rico en mono/éster-quat regular de TEA (1:1) @ 0,2
45 B Éster-quat de MDEA Commercial Brand @ 0,2

- 50 Los resultados arriba mencionados indican que la mezcla de éster-quat de MDEA rico en mono con ADOGEN® 470 mantenía superioridad sobre el éster-quat de MDEA Commercial Brand. Mezclas de éster-quat MDEA rico en mono con éster-quat de TEA eran equivalentes al éster-quat de MDEA Commercial Brand.

Ejemplo 2

- 55 Este ejemplo muestra la importancia de proporcionar una mezcla de éster de MDEA y éster de TEA que está producida a partir de los quats individuales preparados. Es importante que el éster-quat de MDEA se prepare de tal manera que maximice la producción del monoalquil, es decir, mono-éster, quat. La Patente Alemana No. 19642038C1 expone que una mezcla de MDEA y TEA-quats puede producirse a partir de la mezcla de las poliaminas antes de la esterificación y cuaternización. La fabricación de quats de esta manera no permite la producción controlada del MDEA rico en mono, que es fundamental para las mezclas de la presente invención. Un quat producido por la descripción de la Patente Alemana que contiene 15% de MDEA y 85% de TEA se fabricó y se comparó con una composición
60 que tenía la misma relación de MDEA (rico en monoalquilo) a TEA fabricada por mezcla de los quats individuales y un quat que utilizaba una relación mayor de MDEA (rico en monoalquilo) a TEA. Se utilizó como control National Brand "B". La suavidad de cada composición se determinó y los resultados de este ensayo son como sigue:

65

ES 2 289 559 T3

Formulación	Registro
National Brand "B"	A
MDEA rico en monoalquilo/éster-quat de TEA (70:30) - invención	A
MDEA rico en monoalquilo/éster-quat de TEA (15:85) - muestra comparativa	B
Éster-quat MDEA/TEA (15:85) preparado de acuerdo con DE19642038C1	B

La mezcla de suavizantes típica de la presente solicitud era estadísticamente superior a la mezcla propuesta en la patente Alemana. La Patente Alemana No. 19642038C1 expone también que el quat producido por mezcla de las poliamidas antes de la esterificación y cuaternización era superior en la fracción de formulaciones suavizantes "ultra" con alto contenido de sólidos. Uno de los requerimientos para una formulación "ultra" satisfactoria es una viscosidad baja y estable. Formulaciones que contenían 10, 15, 20% de suavizante activo a partir de las doctrinas de la Patente Alemana se compararon con formulaciones que contenían las mismas relaciones de TEA a MDEA de los quats separados. Una formulación que contenía 10% de composición suavizante activa como se describe en esta solicitud se incluyó para comparación. Las medidas de viscosidad (Brookfield DV1 utilizando el husillo #2) se prepararon inmediatamente después de la formulación (tiempo 0) así como 24 y 48 horas después. Se utilizó cloruro de calcio a nivel 0,8% en todas las formulaciones.

Formulación	Viscosidad en el tiempo 0 (cps)	Viscosidad a las 24 horas (cps)	Viscosidad a las 48 horas (cps)
Ejemplo de la Patente Alemana para 10% de sólidos	51	85	75
Ejemplo de la Patente Alemana para 15% de sólidos	73	480	850
Ejemplo de la Patente Alemana para 20% de sólidos	52	750	1500
MDEA/TEA (15:85) 10% sólidos	42	45	45
MDEA/TEA (15:85) 15% sólidos	60	69	69
MDEA/TEA (15:85) 20% sólidos	120	135	145
MDEA/TEA (70:30) 10% sólidos	12	14,5	14,3

Estos datos demuestran que el suavizante de la Patente Alemana se espesa *in situ* especialmente para los niveles con mayor proporción de sólidos. Los quat individuales mezclados en la misma relación son fluidos y estables cuando se formulan al mismo nivel de sólidos. La mezcla típica de la presente solicitud exhibía también viscosidad baja y estable.

REIVINDICACIONES

1. Una composición suavizante de telas que comprende una mezcla de 15 a 65% en peso de la mezcla total, de un éster-quat de trietanol-amina y de 35 a 85%, en peso referida a la mezcla total, de un éster-quat de metil-dietanol-amina, teniendo dicho éster-quat de metil-dietanol-amina un nivel de éster-quat de monoalquilo de 10% o mayor.

2. La composición suavizante de telas de la reivindicación 1,

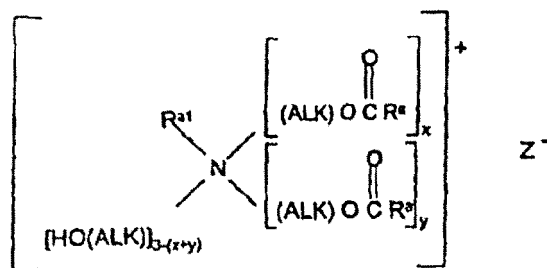
en la cual la mezcla comprende de 25 a 50% en peso, preferiblemente de 30 a 45% en peso, muy preferiblemente de 35 a 40% en peso, del éster-quat de trietanol-amina y de 50 a 75% en peso, preferiblemente de 55 a 70% en peso, muy preferiblemente de 60 a 65% en peso, del éster-quat de metil-dietanol-amina.

3. La composición suavizante de telas de las reivindicaciones 1 ó 2,

en la cual el nivel de éster-quat de monoalquilo es de 15 a 50%.

4. La composición suavizante de telas de cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

en la cual el éster-quat de trietanol-amina tiene la fórmula estructural



en donde cada R^{a} se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos que tienen de 11 a 23 átomos de carbono;

R^{a1} es un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$ lineal o ramificado o un aralquilo $\text{C}_7\text{-C}_{10}$;

ALK es un alquilenos que tiene dos átomos de carbono;

Z^- es un anión suavizante compatible; y

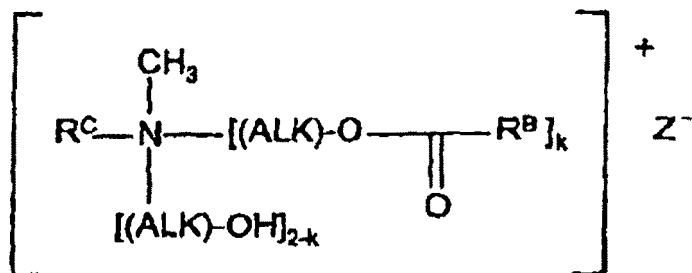
$\text{x}+\text{y} = 1, 2 \text{ a } 5$.

5. La composición suavizante de telas de la reivindicación 4,

en la cual R^{a} se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos que tienen 11-21 átomos de carbono; R^{a1} es metilo; y ALK es C_2H_4 .

6. La composición suavizante de telas de cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

en la cual el éster-quat de metil-dietanol-amina tiene la forma estructural siguiente:



en donde R^{B} se selecciona individualmente del grupo constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos, que tienen de 11 a 23 átomos de carbono;

ALK es un alquilenos que tiene dos átomos de carbono;

ES 2 289 559 T3

k = 1,2 a 1,7;

R^c es un alquilo C₁-C₄ o un aralquilo C₇-C₁₀; y

5 Z⁻ es un anión suavizante compatible.

7. La composición suavizante de telas de la reivindicación 6, en la cual R^B se selecciona individualmente del grupo
constituido por grupos alquilo de cadena lineal o ramificada, opcionalmente sustituidos que tienen 11-21 átomos de
carbono; ALK es C₂H₄; y R^C es metilo.

10

8. La composición suavizante de telas de cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
que comprende adicionalmente otros compuestos de amonio cuaternario.

15

9. La composición suavizante de tela de cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

20

en la cual el éster-quat de trietanol-amina y el éster-quat de metil-dietanol-amina son ésteres de ácidos grasos C₁₆-
C₂₂ con un valor de yodo de 0-150, preferiblemente 0-70, muy preferiblemente 0-50, que pueden estar opcionalmente
parcial o totalmente hidrogenados.

10. La composición suavizante de telas de cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
que comprende adicionalmente agua para formar un suavizante de telas líquido.

25

11. La composición suavizante de telas de la reivindicación 10,

que comprende desde 250 a 5.000 ml de agua añadidos a 100 g de la mezcla.

30

35

40

45

50

55

60

65