

(11) *Número de Publicação:* **PT 687291 E**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

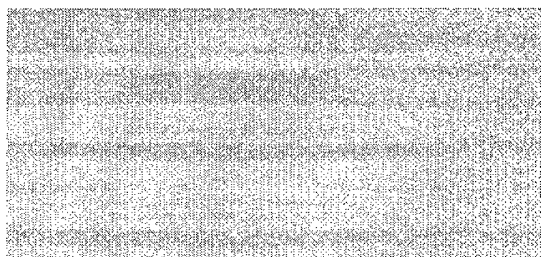
C11D003/00 A C11D001/62 B
C11D001/645 B C11D001/835 B
C11D010/04 B C11D011/00 B

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de depósito: 1994.02.23	(73) Titular(es): PROCTER & GAMBLE COMPANY, THE ONE PROCTER & GAMBLE PLAZA CINCINNATI, OHIO, 45202 US
(30) Prioridade: 1993.03.01 US 24541 1993.10.25 US 142739	
(43) Data de publicação do pedido: 1995.12.20	(72) Inventor(es): ALICE MARIE VOGEL US ERROL HOFFMAN WAHL US JOHN CORT SEVERNS US JEFFREY WAYNE WATSON US MICHAEL PETER SIKLOSI US
(45) Data e BPI da concessão: 2000.04.12	(74) Mandatário(s): PAULO VIEIRA BARRETO ARCO DA CONCEIÇÃO, 3 - 1º AND. 1100 LISBOA PT

(54) Epígrafe: COMPOSIÇÕES CONCENTRADAS E BIODEGRADÁVEIS AMACIADORAS DE TÊXTEIS À BASE DE AMÔNIO QUATERNÁRIO E COMPOSTOS CONTENDO CADEIAS DE ÁCIDO GORDO INSATURADO POSSUINDO UM VALOR DE IODO INTERMÉDIO

(57) Resumo:



DESCRIÇÃO

COMPOSIÇÕES CONCENTRADAS E BIODEGRADÁVEIS AMACIADORAS DE TÊXTEIS À BASE DE AMÓNIO QUATERNÁRIO E COMPOSTOS CONTENDO CADEIAS DE ÁCIDO GORDO INSATURADO POSSUINDO UM VALOR DE IODO INTERMÉDIO

REFERÊNCIA A APLICAÇÃO RELACIONADA

Esta é, em parte, uma continuação do nosso Pedido de Patente U.S. com o número de série 08/024.541, depositado a 1 de Março de 1993, com a mesma epígrafe.

ÂMBITO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a compostos amaciadores, composições estáveis, homogêneas, de preferência concentradas, líquidas aquosas e sólidas para tratamento de têxteis; e às composições intermediárias e/ou processos de preparação das referidas composições. Em particular, refere-se especialmente aos compostos amaciadores de têxteis e composições para serem usadas no ciclo de enxaguamento de uma operação de lavagem de têxteis para proporcionar excelentes benefícios de amaciamento / controlo estático ao têxtil, sendo as composições caracterizadas pela excelente estabilidade em termos de armazenamento e de viscosidade, bem como de biodegradabilidade.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

A técnica descreve vários problemas associados à formulação e preparação de formulações estáveis amaciadoras de têxteis. Veja-se, por exemplo, a patente U.S. N.º 3.904.533, de Neiditch et al., concedida a 9 de Setembro de 1975. A publicação Japonesa tornada pública N.º 1.249.129, depositada a 4 de Outubro de 1989, descreve um problema com a dispersão de activos de amaciadores de têxteis contendo duas longas cadeias hidrófobas interrompidas por ligações éster ("compostos de diéster de amónio quaternário") e resolve-o por meio de agitação rápida. A Patente U.S. N.º 5.066.414, de Chang, concedida a 19 de Novembro de 1991, apresenta e reivindica composições contendo misturas de sais de amónio quaternário contendo pelo menos uma ligação éster, um surfactante não iónico tal como um álcool alcoilado linear e um meio líquido para uma estabilidade e dispersabilidade melhoradas. A Patente U.S. N.º 4.767.547, de Straathof et

al., concedida a 30 de Janeiro de 1988, reivindica composições contendo compostos de amónio quaternário quer de diéster quer de monoéster em que o azoto tem um, dois ou três grupos metilo, estabilizados mantendo um pH crítico baixo de entre 2,5 e 4,2.

A patente US N.º 4.401.578, de Verbruggen, concedida a 30 de Agosto de 1983 descreve hidrocarbonetos, ácidos gordos, ésteres de ácidos gordos, e álcoois gordos como agentes de controlo de viscosidade para amaciadores de têxteis (os amaciadores de têxteis são descritos como opcionalmente contendo ligações éster nas cadeias hidrófobas). O documento WO 89/115 22-A (DE 3.818.061 – A; EP-346.634-A), com uma prioridade de 27 de Maio de 1988, descreve componentes de amaciadores de têxteis à base de diéster de amónio quaternário em adição ao ácido gordo. A Patente Europeia N.º 243.735 descreve os ésteres de sorbitano em adição aos compostos de diéster de amónio quaternário para melhorar as dispersões de composições amaciadoras concentradas.

Os compostos de diéster de amónio quaternário com um ácido gordo, sulfato de alquilo, ou um anião sulfonato de alquilo são descritos na Patente Europeia N.º 336.267-A com uma prioridade de 2 de Abril de 1988. A Patente US N.º 4.808.321, de Walley, concedida a 28 de Fevereiro de 1989, apresenta composições amaciadoras de têxteis compreendendo análogos monoéster de cloreto de dimetilamónio derivados do sebo que estão dispersos como partículas com tamanho na ordem dos sub-microns num meio líquido através de agitação de elevada tensão de corte, ou opcionalmente, as partículas podem ser estabilizadas com emulsionantes tais como etoxilatos C₁₄₋₁₈ não iónicos.

O pedido de patente Europeia N.º 243.735, de Nusslein et al., publicado a 4 de Novembro de 1987, descreve o éster de sorbitano em adição aos compostos de diéster de amónio quaternário para melhorar a dispersabilidade das dispersões concentradas.

O pedido de patente Europeia N.º 409.502, de Tandela et al., publicado a 23 de Janeiro de 1991, descreve, por exemplo, compostos de éster de amónio quaternário, e um material de ácido gordo ou o seu sal.

O pedido de patente Europeia N.º 240.727, de Nusslein et al., com data de prioridade de 12 de Março de 1986, apresenta compostos de diéster de amónio quaternário com sabões de ácidos gordos para uma melhor dispersabilidade em água.

A técnica também apresenta compostos que alteram a estrutura dos compostos de diéster de amónio quaternário por substituição, por exemplo, de um grupo hidroxietilo por um grupo metilo ou de um grupo polialcoxi pelo grupo alcoxi nas duas cadeias hidrófobas. Especificamente, a patente U.S. N.º 3.915.867, de Kang et al., concedida a 28 de Outubro de 1975, descreve a substituição de um grupo hidroxietilo por um grupo metilo. Um material amaciador com conteúdo cis/trans específico nas cadeias hidrófobas longas é descrito no pedido de patente Japonesa N.º 63-194316, depositado a 21 de Novembro de 1988. O pedido de patente Japonesa 4-333.667, publicado a 20 de Novembro de 1992, apresenta composições líquidas amaciadoras contendo compostos de diéster de amónio quaternário possuindo uma razão total de saturado:insaturado nos grupos alquila do éster entre 2:98 e 30:70.

Todas as patentes e pedidos de patente acima mencionados são aqui incorporados por referência.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção proporciona composições biodegradáveis amaciadoras de têxteis e compostos com excelente concentrabilidade, controlo estático, amaciamento, e estabilidade perante o armazenamento em composições aquosas concentradas. Em adição, estas composições proporcionam estes benefícios sob condições de lavagem em qualquer lugar do mundo e minimizam a utilização de ingredientes extra para a estabilidade e para o controlo estático diminuindo assim a carga química ambiental.

Os compostos da presente invenção, tal como definido nas reivindicações 1 e 2, são compostos de amónio quaternário em que os grupos acilo gordos possuem um IV superior a 5 e inferior a 100, uma razão mássica de isómeros cis/trans superior a 30/70 quando o IV é inferior a 25, sendo o nível de insaturação inferior a 65% em peso, em que os referidos compostos são capazes de formar composições aquosas concentradas com concentrações superiores a 13% em peso quando o IV é superior a 10 sem modificadores de viscosidade que não os normais solventes orgânicos polares presentes na matéria-prima do composto ou do electrólito adicionado, e em que quaisquer grupos acilo gordos do sebo têm que ser modificados.

As composições podem ser líquidas aquosas, de preferência concentradas, contendo entre 5 e 50%, de preferência entre 15 e 40%, e mais preferentemente entre 15 e 35%, e ainda mais preferentemente entre 15 e 32%, do referido composto amaciador biodegradável, de preferência um diéster, ou podem ser ainda mais concentradas em sólidos particulados, contendo entre 50 e 95%, de preferência entre 60 e 90%, do referido composto amaciador.

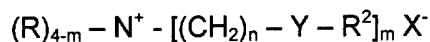
A água pode ser adicionada às composições sólidas particuladas para formar composições amaciadoras líquidas diluídas ou concentradas com uma concentração do referido composto amaciador de entre 5 e 50%, de preferência entre 5 e 35%, mais preferentemente entre 5 e 32%. A composição sólida particulada pode também ser usada directamente no banho de lavagem para proporcionar uma concentração adequada à utilização (por exemplo, entre 10 e 1.000 ppm, de preferência entre 50 e 500 ppm, do total de ingrediente activo). As composições líquidas podem ser adicionadas à lavagem para proporcionar as mesmas concentrações durante a utilização. Proporcionar a composição na forma sólida permite poupança de custos no transporte do produto (menor peso) e poupança de custos na composição (menor fornecimento de agitação e aquecimento para processar a forma sólida).

A presente invenção também proporciona um processo de preparação de composições aquosas concentradas (dispersões) biodegradáveis amaciadoras de têxteis com excelente libertação de água das vesículas de amaciador nas referidas dispersões, envolvendo uma adição de electrólito em dois passos que resulta em mais água na fase contínua e maior fluidez nas referidas composições aquosas concentradas. Este processo envolve também a adição de perfume a temperaturas inferiores às convencionais o que retarda o fraccionamento de determinados componentes do perfume nas vesículas do amaciador, promovendo por consequência a estabilidade da viscosidade. Por outro lado, a adição de perfume aos amaciadores líquidos concentrados de têxteis, à temperatura ambiente, num recipiente separado de agitação minimiza a sua volatilização e a contaminação entre lotes e simplifica a operação de fabrico.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Composto de Diéster de Amónio Quaternário (DEQA)

A presente invenção refere-se a compostos DEQA e a composições contendo DEQA como um componente essencial, possuindo o DEQA a fórmula:



em que

cada Y = -O-(O)C-, ou -C(O)-O-;

m = 2 ou 3;

cada n = 1 a 4;

cada substituinte R é um grupo alquilo C₁-C₆, de preferência C₁-C₃, de cadeia curta, por exemplo, metilo (mais preferível), etilo, propilo, e similares, benzilo ou misturas destes;

cada R² é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído C₁₁-C₂₁ de cadeia longa, pelo menos parcialmente insaturado (IV superior a 5 e inferior a 100); e o contra-íão X⁻ pode ser qualquer anião compatível com o amaciador, por exemplo, cloreto, brometo, metilsulfato, formato, sulfato, nitrato e similares.

Os compostos DEQA preparados com grupos acilo completamente saturados são rapidamente biodegradáveis e excelentes amaciadores. Contudo, foi agora descoberto que os compostos preparados com grupos acilo pelo menos parcialmente insaturados possuem muitas vantagens (isto é, concentrabilidade e boa viscosidade durante o armazenamento) e são altamente aceitáveis em produtos consumíveis quando determinados requisitos são preenchidos.

As variáveis que têm que ser ajustadas para obter os benefícios da utilização de grupos acilo insaturados incluem o Valor de Iodo (IV) dos ácidos gordos; as razões mássicas de isómeros cis/trans nos grupos acilo gordos e o odor do ácido gordo e/ou do DEQA. Qualquer referência aos valores de IV a partir daqui refere-se ao IV (Valor de iodo) dos grupos acilo gordos e não ao resultante composto DEQA.

Quando o IV dos grupos acilo gordos está acima de 20, o DEQA proporciona um excelente efeito anti-estático. Os efeitos anti-estáticos são especialmente importantes quando os têxteis são secos num secador rotativo, e/ou quando são usados materiais sintéticos que geram electricidade estática. O controle estático máximo ocorre a um IV superior a 20, de preferência superior a 40. Quando são utilizadas composições de DEQA

completamente saturadas, são obtidos resultados fracos de controle estático. Do mesmo modo, tal como discutido daqui em diante, a concentrabilidade aumenta à medida que o IV aumenta. Os benefícios da concentrabilidade incluem: utilização de menor quantidade de material de embalagem; utilização de menor quantidade de solventes orgânicos, em especial de solventes orgânicos voláteis e utilização de menor quantidade de adjuvantes de concentração que em nada melhorarão o desempenho; etc.

À medida que o IV é aumentado, existe um potencial para o aparecimento de problemas relacionados com o odor. Surpreendentemente, algumas fontes de ácidos gordos altamente desejáveis e prontamente disponíveis, como o sebo, possuem um odor que permanece com o composto DEQA apesar dos passos de processamento químico e mecânico que convertem o sebo original no DEQA acabado. Tais fontes têm que ser desodorizadas, por exemplo, por absorção, destilação (incluindo *stripping* tal como *stripping* com vapor), etc., tal como é bem conhecido na técnica. Em adição, tem que ser tomado cuidado para minimizar o contacto entre os grupos acilo gordos resultantes e o oxigénio e/ou bactérias através da adição de antioxidantes, agentes antibacterianos, etc. A despesa e o esforço adicionais associados aos grupos acilo gordos insaturados é justificada pela concentrabilidade superior e/ou desempenho que não eram até agora reconhecidos. Por exemplo, os DEQA contendo grupos acilo gordos insaturados podem ser concentrados acima de cerca de 13% sem a necessidade de adjuvantes de concentração adicionais, em especial adjuvantes de concentração tal como discutido daqui em diante.

Os DEQAs derivados de grupos acilo gordos altamente insaturados, isto é, grupos acilo gordos possuindo uma insaturação total superior a 65% em peso, não proporcionam qualquer melhoria adicional na eficácia anti-estática. Podem, contudo, ser capazes de proporcionar outros benefícios tais como absorvência melhorada da água por parte dos têxteis. Em geral, um IV na gama entre 40 e 65 é preferível no que se refere à concentrabilidade, à maximização das fontes de acilo gordo, excelência da macieza, controlo estático, etc.

As dispersões aquosas altamente concentradas destes compostos de diéster podem formar um gel e/ou engrossarem durante o armazenamento a baixa temperatura, 4,44 °C (40 °F). Os compostos de diéster preparados a partir de ácidos gordos insaturados minimizam este problema mas, por outro lado, são mais propensos a causar a formação

de maus odores. Surpreendentemente, as composições destes compostos de diéster preparadas a partir de ácidos gordos possuindo um IV entre 5 e 25, de preferência entre 10 e 25, e mais preferentemente entre 15 e 20, e uma razão mássica de isómeros cis/trans superior a 30/70, de preferência superior a 50/50, e mais preferentemente superior a 70/30, são estáveis perante o armazenamento a baixa temperatura com formação mínima de odor. Estas razões mássicas de isómeros cis/trans proporcionam concentrabilidade óptima a estas gamas de IV. Na gama de IV acima de 25, a razão de isómeros cis para isómeros trans é menos importante a não ser que sejam necessárias concentrações mais elevadas. A relação entre o IV e a concentrabilidade é descrita a partir daqui. Para um dado IV, a concentração que será estável numa composição aquosa irá depender dos critérios de estabilidade (por exemplo, estável até 5 °C; estável até 0 °C; não forma gel; forma gel mas recupera quando sujeita a aquecimento, etc.) e dos outros ingredientes presentes, mas a concentração que é estável pode ser aumentada através da adição de adjuvantes de concentração, descritos a partir daqui em mais detalhe, para atingir a estabilidade desejada.

Geralmente, a hidrogenação dos ácidos gordos para reduzir a poli-insaturação e para baixar o IV para assegurar uma boa cor e melhorar o odor e a estabilidade do odor conduz a um elevado grau de configuração trans na molécula. Por consequência, os compostos de diéster derivados dos grupos acilo gordos possuindo baixos valores de IV podem ser preparados misturando ácidos gordos completamente hidrogenados com ácido gordo pouco hidrogenado numa razão que proporciona um IV de entre 5 e 25. O conteúdo de poli-insaturação do ácido gordo ligeiramente endurecido deverá ser inferior a 5%, de preferência inferior a 1%. Durante o endurecimento ligeiro as razões mássicas dos isómeros cis/trans são controladas por métodos conhecidos na técnica tais como através de agitação ideal, usando catalisadores específicos, proporcionando disponibilidade elevada de H₂, etc. O ácido gordo ligeiramente endurecido com razões mássicas de isómeros cis/trans elevadas está disponível comercialmente (isto é, Radiacid 406 da FINA).

Foi também descoberto que para uma boa estabilidade química dos compostos quaternários de diéster durante o armazenamento na forma fundida, os níveis de humidade nas matérias-primas têm que ser controlados e minimizados de preferência a um nível inferior a 1% e mais preferentemente inferior a 0,5% de água. As temperaturas de armazenamento deverão ser mantidas tão baixas quanto possível e ainda assim

manter um material fluido, idealmente na gama entre 48,9 °C (120 °F) e 65,6 °C (150 °F). A temperatura óptima de armazenamento no que se refere à estabilidade e à fluidez depende do IV específico do ácido gordo usado para preparar o diéster quaternário e do nível/tipo do solvente seleccionado. É importante proporcionar boa estabilidade durante o armazenamento do composto fundido para proporcionar uma matéria-prima comercialmente viável que não sofrerá degradação significativa durante o transporte / armazenamento / processamento normal do material durante as operações de fabrico.

As composições da presente invenção contêm os seguintes níveis de DEQA:

- I. Para composições sólidas: entre 50 e 95%, de preferência entre 60 e 90%,
e
- II. Para composições líquidas: entre 5 e 50%, de preferência entre 15 e 40%,
mais preferentemente entre 15 e 35%, e ainda mais preferentemente entre 15 e 32%.

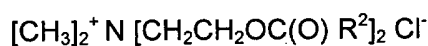
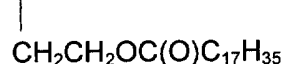
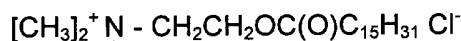
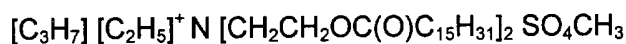
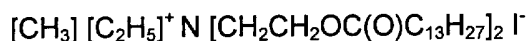
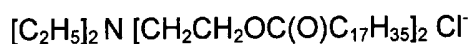
Será entendido que os substituintes R e R² podem opcionalmente ser substituídos por vários grupos tais como grupos alcóxilo ou hidróxilo. Os compostos preferíveis podem ser considerados como sendo variações de diésteres de cloreto de dimetilamónio de derivado do sebo (DTDMAC), que é um amaciador de têxteis largamente utilizado. Pelo menos 80% do DEQA está na forma diéster, e entre 0 e 20%, de preferência menos de 10%, mais preferentemente menos de 5%, pode ser monoéster de DEQA (por exemplo, apenas um grupo -Y-R²).

Tal como aqui usado, quando o diéster é especificado, irá incluir o monoéster que está habitualmente presente. Para amaciamento, sob condições de lavagem de roupa de nenhuma ou baixa carga de detergente a percentagem de monoéster deverá ser tão baixa quanto possível, de preferência não superior a 2,5%. Contudo, sob condições de carga de detergente elevada, algum monoéster é preferível. As razões globais de diéster para monoéster estão entre 100:1 e 2:1, de preferência entre 50:1 e 5:1, e mais preferentemente entre 13:1 e 8:1. Sob condições de carga elevada de detergente, a razão de diéster para monoéster é de preferência 11:1. O nível de monoéster presente pode ser controlado no fabrico do DEQA.

Os compostos de DEQA preparados com grupos acilo saturados, isto é, possuindo um IV de 5 ou menos, podem ser parcialmente substituídos pelos compostos DEQA da presente invenção preparados com grupos acilo insaturados possuindo um IV superior a 20. Esta substituição parcial pode diminuir o odor associado ao DEQA insaturado. A razão está entre 0,2:1 e cerca de 8:1, de preferência entre 0,25:1 e 4:1, e mais preferentemente entre 0,3:1 e 1,5:1.

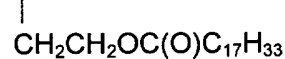
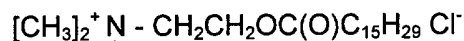
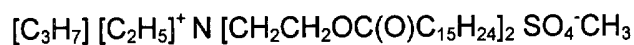
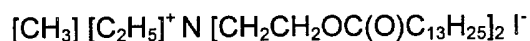
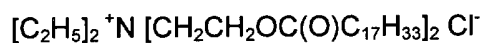
Os seguintes são exemplos não limitativos (em que todos os substituintes alquilo de cadeia longa são de cadeia linear):

Saturados



em que $-\text{C}(\text{O})\text{R}^2$ é derivado do sebo saturado.

Insaturados



em que $-\text{C}(\text{O})\text{R}^2$ é derivado do sebo parcialmente hidrogenado ou do sebo modificado possuindo as características aqui avançadas.

É especialmente surpreendente que um controle cuidadoso do pH possa melhorar notoriamente a estabilidade do odor do produto nas composições usando DEQA insaturado.

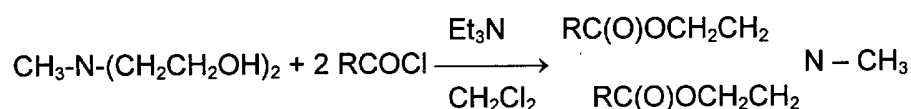
Em adição, e uma vez que os compostos precedentes (diésteres) são de alguma forma lábeis em relação à hidrólise, deverão ser manuseados muito cuidadosamente quando usados para formular as composições aqui tratadas. Por exemplo, as composições líquidas estáveis aqui em causa são formuladas a um pH na gama entre 2 e 5, de preferência entre 2 e 4,5, mais preferentemente entre 2 e 4. Para melhor estabilidade do odor do produto, quando o IV é superior a 25, o pH está entre 2,8 e 3,5, em especial para produtos "sem odor" (sem qualquer perfume) ou produtos com pouco odor. Esta observação aparenta ser aplicável a todos os DEQAs, mas é especialmente verdade para o DEQA preferível aqui especificado, isto é, possuindo um IV superior a 20, de preferência superior a 40. A limitação é mais importante à medida que o IV aumenta. O pH pode ser ajustado através da adição de um ácido de Bronsted. As gamas de pH acima são determinadas sem diluição prévia da composição em água.

Exemplos de ácidos de Bronsted apropriados incluem os ácidos minerais inorgânicos, ácidos carboxílicos, em particular os ácidos carboxílicos de baixo peso molecular (C_1 - C_5), e ácidos alquilsulfônicos. Ácidos inorgânicos apropriados incluem o HCl, H_2SO_4 , HNO_3 e H_3PO_4 . Ácidos orgânicos apropriados incluem os ácidos fórmico, acético, metilsulfônico e etilsulfônico. Ácidos preferíveis são os ácidos hidrolórico, fosfórico e cítrico.

Síntese de um Composto de Diéster de Amónio Quaternário

A síntese do composto amaciador biodegradável preferível aqui usado, à base de diéster de amónio quaternário, pode ser levada a cabo através do seguinte processo em dois passos:

Passo A – Síntese da Amina

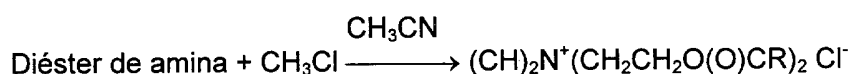


RC(O) = Derivado do Sebo Mole Desodorizado (ligeiramente endurecido)

Amina

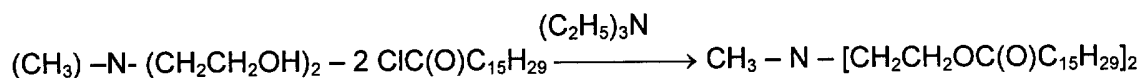
A N-metildietanolamina (440,9 g, 3,69 mole) e a trietilamina (561,2 g, 5,54 mole) são dissolvidas em CH_2Cl_2 (12 l) num balão de três tubuladuras de 22 l equipado com um funil adicional, termómetro, agitador mecânico, condensador, e uma escova de aragão. O cloreto de ácido gordo de sebo mole desodorizado ligeiramente endurecido (2,13 kg, 7,39 mole) é dissolvido em 2 l de CH_2Cl_2 e adicionado lentamente à solução de amina. A solução de amina é então aquecida a 35 °C para manter o cloreto de taloílo em solução à medida que este é adicionado. A adição de cloreto de ácido aumentou a temperatura de refluxo da reacção (40 °C). A adição de cloreto de ácido é lenta o suficiente para manter o refluxo mas não é suficientemente rápida para perder o cloreto de metileno através do topo do condensador. A adição deverá ter lugar durante 1,5 horas. A solução é aquecida ao refluxo durante mais três horas. O aquecimento é removido e a reacção agitada durante 2 horas para arrefecer até à temperatura ambiente. O CHCl_3 (12 l) é adicionado. Esta solução é lavada com 1 galão de NaCl saturado e 1 galão de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ saturado. A fase orgânica é deixada repousar por uma noite à temperatura ambiente. É então extraída três vezes com K_2CO_3 a 50% (7,6 l (2 gal) cada), sendo este passo seguido por duas lavagens com NaCl saturado (7,6 l (2 gal) cada). Qualquer emulsão que entretanto se formou durante estas extracções é dissolvida por adição de CHCl_3 e/ou sal saturado e por aquecimento num banho de vapor. A fase orgânica é então seca em MgSO_4 , filtrada e concentrada. O rendimento é 2,266 kg de diéster de amina do precursor do sebo. TLC sílica (75% de Et_2O / 25% de hexano um ponto a R_f 0,69).

Passo B. Quaternização



Amina do precursor do sebo suave (2,166 kg, 3,47 mole) é aquecida num banho de vapor com 3,8 l (1 gal.) de CH_3CN até se tornar fluida. A mistura é então vertida num reactor de Pfaudler de 38 l (10 gal.), agitado e com revestimento de vidro contendo 15,12 l (4 gal.) de CH_3CN . O CH_3Cl (25 lbs, líquido) foi adicionado através de um tubo e a mistura reaccional foi aquecida até 80 °C durante 6 horas. A solução de CH_3CN / amina é removida do reactor, filtrada e o sólido é deixado secar à temperatura ambiente durante um fim de semana. O filtrado é roto-evaporado, deixado secar ao ar durante a noite e combinado com o outro sólido. Rendimento: 2,125 kg de pó branco.

Os compostos amaciadores à base de diéster de amónio quaternário podem também ser sintetizados por outros processos:

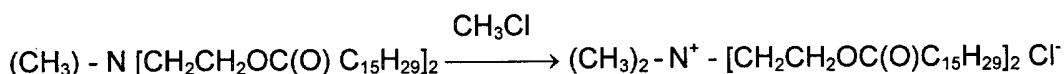


0,6 moles de dietanolmetilamina são colocadas num balão de três tubuladoras de 3 litros equipado com um condensador de refluxo, uma entrada de aragão (ou de azoto) e dois funis de adição. Num funil de adição são colocadas 0,4 moles de trietilamina e no segundo funil de adição são colocadas 1,2 moles de cloreto de palmitol numa solução 1:1 com cloreto de metileno. O cloreto de metileno (750 ml) é adicionado ao balão da mistura reaccional contendo a amina e aquecido a 35 °C (banho de água). A trietilamina é adicionada gota a gota, e a temperatura é aumentada para 40-45 °C com agitação simultânea durante cerca de meia hora. A solução de cloreto de palmitoílo / cloreto de metileno é adicionada gota a gota e permitida aquecer a 40 – 45 °C sob atmosfera inerte ao longo de uma noite (12 – 16 h).

A mistura reaccional é arrefecida até à temperatura ambiente e diluída em clorofórmio (1.500 ml). A solução do produto em clorofórmio é colocada num funil separado (4 l) e lavada com NaCl saturado, Ca(OH)₂ diluído, K₂CO₃ a 50% (3 vezes)*, e finalmente com NaCl saturado. A fase orgânica é recolhida e seca sobre MgSO₄, filtrada e os solventes são removidos através de rotor-evaporação. A secagem final é feita sob vácuo intenso (0,25 mm Hg).

* Nota: A fase de K₂CO₃ a 50% estará sob a fase de clorofórmio.

Passo B. Quaternização



0,5 moles de metildietanolpalmitoleatoamina do Passo A são colocadas numa manga de autoclave juntamente com 200 – 300 ml de acetonitrilo (anidro). A amostra é então inserida na autoclave e purificada três vezes com N₂ (16275 mm Hg / 21,4 atm) e uma vez com CH₃Cl. A mistura reaccional é aquecida a 80 °C sob uma pressão de 3604 mm Hg / 4,7 atm em CH₃Cl durante 24 horas. A manga de autoclave é então removida da mistura

reaccional. A amostra é dissolvida em clorofórmio e o solvente é removido por evaporação em tambor, seguida de secagem sob vácuo intenso (0,25 mm Hg).

Outro processo através do qual o composto preferível de diéster quaternário pode ser obtido comercialmente é a reacção dos ácidos gordos (por exemplo, ácidos gordos de sebo) com a metildietanolamina. Métodos reaccionais bem conhecidos são usados para formar o precursor do diéster de amina. O diéster quaternário é então formado por reacção com o cloreto de metilo tal como discutido previamente.

Os processos de reacção acima são geralmente conhecidos na técnica para a produção de compostos amaciadores à base de diésteres. Para obter o IV, as razões cis / trans, e a percentagem de insaturação acima referidas, usualmente têm que ser introduzidas modificações adicionais a estes processos.

(B) Modificadores Opcionais de Viscosidade / Dispersabilidade

Tal como afirmado acima, podem ser preparadas composições relativamente concentradas de DEQA insaturado que são estáveis sem a adição de adjuvantes de concentração. Contudo, as composições da presente invenção requerem adjuvantes orgânicos e/ou inorgânicos de concentração para atingir concentrações ainda mais elevadas e/ou para cumprir os mais elevados padrões de estabilidade dependendo dos outros ingredientes. Estes adjuvantes de concentração que tipicamente poderão ser modificadores de viscosidade podem ser necessários, ou preferíveis, para assegurar a estabilidade sob condições extremas quando estão presentes níveis particulares de amaciador activo no que se refere ao IV.

Esta relação entre o IV e a concentração quando são necessários adjuvantes de concentração numa típica composição líquida aquosa amaciadora de têxteis contendo perfume pode ser definida, pelo menos aproximadamente, pela seguinte equação (para IVs superiores a 25 e inferiores a 100):

$$\text{Concentração de Activo de Amaciador (\% Mássica)} = 4,85 + 0,838 (\text{IV}) - 0,00756 (\text{IV})^2$$

(em que $R^2 = 0,99$). Acima destes níveis de activo de amaciador, são necessários adjuvantes de concentração. Estes números são apenas aproximações e se outras

variáveis da formulação sofrerem alterações, tais como o solvente, outros ingredientes, ácidos gordos, etc., os adjuvantes de concentração podem ser requeridos para concentrações ligeiramente mais baixas ou podem não ser requeridos para concentrações ligeiramente mais elevadas. Para composições sem perfume ou com um baixo teor de perfume (composições "sem odor"), concentrações mais elevadas são possíveis aos valores de IV referidos. Se a formulação se separa, os adjuvantes de concentração podem ser adicionados para preencher os critérios desejados.

I. Adjuvantes de Concentração de Surfactante

Os adjuvantes de concentração de surfactante são tipicamente seleccionados de entre o grupo consistindo de (1) surfactantes catiónicos de alquilo de uma única cadeia longa; (2) surfactantes não iónicos; (3) óxidos de amina; (4) ácidos gordos; ou (5) misturas destes. Os níveis destes adjuvantes são descritos abaixo.

(1) Surfactantes Catiónicos de Alquilo de uma Única Cadeia Longa

Os surfactantes catiónicos de alquilo de uma única cadeia longa (solúveis em água):

- I. Em composições sólidas estão presentes a um nível entre 0 e 15%, de preferência entre 3 e 15%, mais preferentemente entre 5 e 15%, e
- II. Em composições líquidas estão presentes a um nível entre 0 e 15%, e de preferência entre 0,5 e 10%, estando o surfactante catiónico de uma única cadeia longa presente pelo menos a um nível efectivo.

Tais surfactantes catiónicos de alquilo de uma mono cadeia longa úteis na presente invenção são, de preferência, sais de amónio quaternário da fórmula geral:



em que o grupo R^2 é um grupo hidrocarboneto C_{10} - C_{22} , de preferência um grupo alquilo C_{12} - C_{18} ou o correspondente grupo interrompido de ligação éster com um grupo alquilenos de cadeia curta (C_1 - C_4) entre a ligação éster e o N, e possuindo um grupo hidrocarboneto similar, por exemplo, um éster de ácido gordo de colina, de preferência o éster de colina C_{12} - C_{14} (coco) e/ou um éster de colina de sebo C_{16} - C_{18} a um nível entre 0,1 e 20% em

peso do activo de amaciador. Cada R é um alquilo ou um alquilo substituído (por exemplo, Hidoxilo) C₁-C₄, ou hidrogénio, de preferência o metilo, e o contra-íão X⁻ é um anião compatível com o amaciador, por exemplo, cloreto, brometo, sulfato de metilo, etc.

As gamas acima representam a quantidade de surfactante catiónico de alquilo de uma única cadeia longa que é adicionada à composição da presente invenção. As gamas não incluem a quantidade de monoéster que já está presente no componente (A), o composto de diéster de amónio quaternário, estando o total presente pelo menos a um nível efectivo.

O grupo de cadeia longa R², do surfactante catiónico de alquilo de uma única cadeia longa, contém tipicamente um grupo alquilenos possuindo entre 10 e 22 átomos de carbono, de preferência entre 12 e 16 átomos de carbono em composições sólidas, e de preferência entre 12 e 18 átomos de carbono em composições líquidas. Este grupo R² pode estar ligado ao átomo de azoto catiónico através de um grupo contendo um, ou mais, grupos de ligação éster, amida, éter, amina, etc., de preferência éster, que podem ser desejáveis para uma hidrofília, biodegradabilidade, etc., superiores. Tais grupos de ligação encontram-se de preferência dentro de cerca de três átomos de carbono do átomo de azoto. Surfactantes catiónicos de alquilo biodegradáveis de uma única cadeia longa apropriados contendo uma ligação éster na cadeia longa são descritos na Pat. US. N.º 4.840.738, em nome de Hardy and Walley, concedida a 20 de Junho de 1989, sendo a referida patente aqui incorporada por referência.

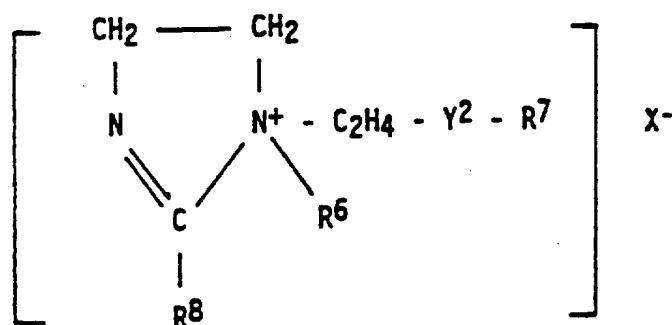
Se as correspondentes aminas não quaternárias são usadas, qualquer ácido (de preferência um ácido mineral ou policarboxílico) que seja adicionado para manter os grupos éster estáveis também irá manter a amina protonada nas composições e de preferência durante a lavagem por forma a que a amina possua um grupo catiónico. A composição é tamponizada (pH entre 2 e 5, de preferência entre 2 e 4) para manter uma densidade de carga apropriada e eficaz no produto líquido aquoso concentrado e após diluição adicional, por exemplo, para formar um produto menos concentrado e/ou aquando da adição ao ciclo de enxaguamento de um processo de lavagem de roupa.

Será compreendido que a principal função do surfactante catiónico solúvel em água é diminuir a viscosidade e/ou aumentar a dispersabilidade do amaciador de diéster e não sendo, por consequência, essencial que o próprio surfactante catiónico possua

propriedades amaciadoras substanciais, apesar de poder ser este o caso. Em adição, os surfactantes possuindo apenas uma cadeia alquilo longa, presumivelmente porque possuem maior solubilidade em água, podem proteger o amaciador de diéster da interacção com surfactantes aniónicos e/ou excipientes ou abrasivos que são arrastados para a lavagem.

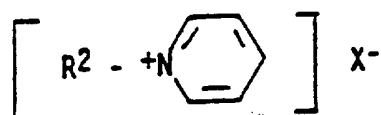
Outros materiais catiónicos com estruturas em anel tais como os sais de imidazolina alquílica, imidazolinio, piridina, e de piridínio possuindo uma única cadeia alquilo C_{12} - C_{30} podem também ser usados. É requerido um pH muito baixo para estabilizar, por exemplo, as estruturas em anel da imidazolina.

Alguns sais de alquilo de imidazolinio úteis na presente invenção possuem a fórmula geral:



em que Y^2 é um $-\text{C}(\text{O})-\text{O}-$, $-\text{O}-(\text{O})-\text{C}-$, $-\text{C}(\text{O})-\text{N}(\text{R}^5)$, ou $-\text{N}(\text{R}^5)-\text{C}(\text{O})-$ em que cada R^5 é um hidrogénio ou um radical alquilo C_1 - C_4 , R^6 é um radical alquilo C_1 - C_4 , R^7 e R^8 são ambos seleccionados independentemente de entre R e R^2 tal como anteriormente definido para um surfactante catiónico de uma única cadeia longa com apenas um sendo R^2 .

Alguns sais de alquilpiridínio úteis na presente invenção possuem a fórmula geral:

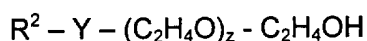


em que R^2 e X^- são como atrás definido. Um típico material deste tipo é o cloreto de cetilpiridínio.

(2) Surfactante Não iónico (Materiais Alcoxilados)

Surfactantes não iónicos apropriados para desempenhar a função de modificador de viscosidade/dispersabilidade incluem os produtos da adição de óxido de etileno e, opcionalmente, óxido de propileno, a álcoois gordos, ácidos gordos, aminas gordas, etc.

Qualquer dos materiais alcoxilados do tipo particular descritos a partir daqui podem ser usados como surfactante não iónico. Em termos gerais, os materiais não iónicos aqui tratados, quando usados por si só, I) em composições sólidas encontram-se a um nível entre 5 e 20%, e de preferência entre 8 e 15%, e II) em composições líquidas encontram-se a um nível entre 0 e 5%, de preferência entre 0,1 e 5%, e mais preferentemente entre 0,2 e 3%. Compostos apropriados são surfactantes substancialmente solúveis em água da fórmula geral:



em que R^2 , para composições quer líquidas quer sólidas, é seleccionado de entre o grupo consistindo de cadeias alquilo primárias, secundárias e ramificadas e/ou grupos acilo hidrocarbilo; grupos alquenilo hidrocarbilo primários, secundários e de cadeia ramificada; e grupos hidrocarbilo fenólicos alquilo ou alquilo-substituídos primários, secundários e de cadeia ramificada; possuindo os referidos grupos hidrocarbilo um comprimento de cadeia hidrocarbilo de entre 8 e 20, de preferência entre 10 e 18 átomos de carbono. Mais preferentemente o comprimento da cadeia hidrocarbilo para composições líquidas está entre 16 e 18 átomos de carbono e para composições sólidas entre 10 e 14 átomos de carbono. Na fórmula geral para os surfactantes não iónicos etoxilados aqui tratados, Y é tipicamente $-O-$, $-C(O)O-$, $-C(O)N(R)-$, ou $-C(O)N(R)R-$, em que R^2 , e R, quando presentes, têm os significados dados atrás, e/ou R pode ser o hidrogénio, e z é pelo menos 8, de preferência pelo menos 10 – 11. O desempenho e, usualmente, a estabilidade da composição amaciadora diminuem quando está presente uma menor quantidade de grupos etoxilados.

Os surfactantes não iónicos aqui tratados são caracterizados por um HLB (Equilíbrio hidrófilo – lipófilo) de entre 7 e 20, de preferência entre 8 e 15. Claro que, ao definir R^2 e o número de grupos etoxilato, o HLB do surfactante fica, em geral, determinado. Contudo, deverá ser notado que os surfactantes etoxilados não iónicos úteis neste contexto, para

composições líquidas concentradas, contêm grupos R^2 de cadeia relativamente longa e são relativamente bastante etoxilados. Enquanto que surfactantes de cadeia alquílica mais curta possuindo grupos etoxilados curtos possam possuir o HLB requerido, estes não são eficazes neste contexto.

Surfactantes não iônicos como os modificadores de viscosidade / dispersabilidade são preferíveis em detrimento dos outros modificadores descritos aqui para composições com teores elevados de perfume.

Exemplos de surfactantes não iônicos seguem-se. Os surfactantes não iônicos desta invenção não estão limitados a estes exemplos, Nestes exemplos, o inteiro define o número de grupos etoxilo (EO) na molécula.

a. Alcoxilatos de Álcool Primário de Cadeia Linear

Os deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, e pentadeca-etoxilatos de n-hexadecanol e n-octadecanol possuindo um HLB dentro da gama aqui especificada são úteis modificadores de viscosidade / dispersabilidade no contexto desta invenção. Álcoois primários etoxilados exemplares úteis neste contexto como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das composições são o $n-C_{18}EO(10)$; e $n-C_{10}EO(11)$. Os etoxilatos de misturas de álcoois naturais ou sintéticos na gama de comprimentos de cadeia "sebo" são também úteis neste contexto. Exemplos específicos de tais materiais incluem o álcool derivado do sebo - $EO(11)$, álcool derivado do sebo - $EO(18)$, e álcool derivado do sebo - $EO(25)$.

b. Alcoxilatos de Álcool Secundário de Cadeia Linear

Os deca-, undeca-, dodeca-, tetradeca-, pentadeca-, octadeca- e nonadeca-etoxilatos de 3-hexadecanol, 2-octadecanol, 4-eicosanol, e 5-eicosanol possuindo um HLB dentro da gama aqui especificada são úteis modificadores de viscosidade / dispersabilidade no contexto desta invenção. Exemplos de álcoois secundários etoxilados úteis neste âmbito como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das composições são: o $2-C_{16}EO(11)$; o $2-C_{20}EO(11)$; e o $2-C_{16}EO(14)$.

c. Alcoxilatos de Fenol Alquílico

Tal como no caso dos alcoxilatos de álcool, os hexa- até aos octadeca-etoxilatos dos fenóis alquilados, em particular os alquilfenóis monohidrícos, possuindo um HLB dentro da gama aqui especificada são úteis como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das presentes composições. Os hexa- até aos octadeca-etoxilatos do p-tri-decilfenol, m-pentadecilfenol, e similares, são úteis neste contexto. Exemplos de alquilfenóis etoxilados úteis como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das misturas aqui tratadas são: p-tridecilfenol EO(11) e p-pentadecilfenol EO(18).

Tal como aqui usado e como geralmente reconhecido na técnica, um grupo fenileno na fórmula não iónica é o equivalente de um grupo alquilenos contendo entre 2 e 4 átomos de carbono. Para os propósitos presentes, os compostos não iónicos contendo um grupo fenileno são considerados como contendo um número equivalente de átomos de carbono calculado como a soma de átomos de carbono no grupo alquilo e somando cerca de 3,3 átomos de carbono por cada grupo fenileno.

d. Alcoxilatos Olefínicos

Os álcoois alquenílicos, quer primários quer secundários, e fenóis alquenílicos correspondendo aos descritos imediatamente a partir daqui podem ser etoxilados até um HLB dentro da gama aqui referida e usados como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das composições em questão.

e. Alcoxilatos de Cadeia Ramificada

Os álcoois primários e secundários de cadeia ramificada que estão disponíveis a partir dos bem conhecidos processos "OXO" podem ser etoxilados e empregues como modificadores de viscosidade / dispersabilidade das composições aqui referidas.

Os surfactantes não iónicos etoxilados acima referidos são úteis nas presentes composições por si só ou em combinação, e o termo "surfactante não iónico" inclui as misturas de agentes não iónicos activos de superfície.

(3) Óxidos de Amina

Óxidos de amina apropriados incluem aqueles com um fragmento alquilo ou hidroxialquilo com entre 8 e 28 átomos de carbono, de preferência entre 8 e 16 átomos de carbono, e dois fragmentos alquilo seleccionados de entre o grupo consistindo dos grupos alquilo e grupos hidroxialquilo com entre 1 e 3 átomos de carbono.

Os óxidos de amina:

- I. em composições sólidas estão presentes a um nível entre 0 e 15%, de preferência entre 3 e 15%; e
- II. em composições líquidas estão presentes a um nível entre 0 e 5%, de preferência entre 0,25 e 2%, estando o total de óxido de amina presente pelo menos a um nível eficaz.

Exemplos incluem o óxido de dimetiloctilamina, óxido de dietildecilamina, óxido de bis-(2-hidroxietil)dodecilamina, óxido de dimetildodecilamina, óxido de dipropiltetradecilamina, óxido de metiletilhexadecilamina, óxido de dimetil-2-hidroxiocetadecilamina, e óxido de alquildimetilamina gorda de coco.

(4) Ácidos Gordos

Ácidos gordos apropriados incluem os que contêm entre 12 e 25, de preferência entre 13 e 22 e, mais preferentemente, entre 16 e 20, átomos de carbono no total, com o fragmento gordo contendo entre 10 e 22, de preferência entre 10 e 18 e, mais preferentemente entre 10 e 14 (*mid cut*), átomos de carbono. O fragmento mais curto contém entre 1 e 4, de preferência entre 1 e 2, átomos de carbono.

Os ácidos gordos estão presentes nos teores acima referidos para os óxidos de amina. Os ácidos gordos são adjuvantes de concentração preferíveis para aquelas composições que requerem um adjuvante de concentração e contêm perfume.

II. Electrólitos como Adjuvantes de Concentração

Agentes inorgânicos de controlo de viscosidade que podem também actuar como ou ampliar o efeito dos adjuvantes de concentração do surfactante, incluem os sais ionizáveis solúveis em água que também podem opcionalmente ser incorporados nas composições

da presente invenção. Uma grande variedade de sais ionizáveis pode ser usada. Exemplos de sais apropriados são os halogenetos dos metais do Grupo IA e IIA da Tabela Periódica dos Elementos, por exemplo, cloreto de cálcio, cloreto de magnésio, cloreto de sódio, brometo de potássio, e cloreto de lítio. Os sais ionizáveis são particularmente úteis durante o processo de mistura dos ingredientes para preparar as composições aqui tratadas, e mais tarde para obter a viscosidade desejada. A quantidade de sais ionizáveis usada depende da quantidade de ingredientes activos usada nas composições e pode ser ajustada de acordo com a vontade do formulador. Níveis típicos de sais usados para controlar a viscosidade da composição estão entre as 20 e as 20.000 partes por milhão (ppm), e de preferência entre 20 e 11.000 ppm, por peso da composição.

Os sais de poliamónio de alquilenos podem ser incorporados na composição para proporcionar controlo da viscosidade em adição ou em substituição aos sais ionizáveis solúveis em água acima referidos. Em adição, estes agentes podem actuar como captadores, formando pares iónicos com o detergente aniónico arrastado da principal lavagem, no enxaguamento, e nos têxteis, e pode melhorar o desempenho do amaciador. Estes agentes podem estabilizar a viscosidade através de uma mais larga gama de temperaturas, em especial a temperaturas baixas, em comparação com os electrólitos inorgânicos.

Exemplos específicos de sais de poliamónio de alquilenos incluem o monohidrocloreto de L-lisina e o dihidrocloreto de 1,5-diamónio 2-metilpentano.

(C) Estabilizantes

Os estabilizantes podem estar presentes nas composições da presente invenção. O termo "estabilizante", tal como aqui usado, inclui os agentes anti-oxidantes e redutores. Estes agentes estão presentes a um nível entre 0 e 2%, de preferência entre 0,01 e 0,2%, e mais preferentemente entre 0,035 e 0,1% para os anti-oxidantes, e mais preferentemente entre 0,01 e 0,2% para os agentes redutores. Estes asseguram uma boa estabilidade ao odor sob condições de armazenamento a longo prazo às composições e aos compostos armazenados na forma fundida. A utilização de agentes estabilizantes anti-oxidantes e redutores é especialmente crítica no que se refere aos produtos sem ou com pouco odor (nenhum ou pouco perfume).

Exemplos de anti-oxidantes que podem ser adicionados às composições desta invenção incluem uma mistura de ácido ascórbico, palmitato ascórbico, propilgalato, disponível a partir da Eastman Chemical Products, Inc., sob a designação comercial de Tenox[®] PG e Tenox S-1; uma mistura de BHT (hidroxitolueno butilado), BHA (hidroxianisole butilado), propilgalato, e ácido cítrico, disponível a partir da Eastman Chemical Products, Inc. sob a designação comercial de Tenox – 6; hidroxitolueno butilado, disponível a partir da UOP Process Division sob a designação comercial de Sustane[®] BHT; butilhidroquinona terciária, Eastman Chemical Products, Inc., como Tenox TBHQ; tocoferóis naturais, Eastman Chemical Products, Inc., como Tenox GT-1/GT-2; e hidroxianisole butilado, Eastman Chemical Products, Inc., como BHA; ésteres de cadeia longa (C₈-C₂₂) do ácido gálico, por exemplo, dodecilgalato; Irganox[®] 1010; Irganox[®] 1035; Irganox[®] 1171; Irganox[®] 1425; Irganox[®] 3114; Irganox[®] 3125; e misturas destes; de preferência Irganox[®] 3125, Irganox[®] 1425; Irganox[®] 3114, e misturas destes; mais preferentemente Irganox[®] 3125 por si só ou misturado com ácido cítrico e/ou outros quelantes como o isopropilcitrato, Dequest[®] 2010, disponível a partir da Monsanto com a designação química de ácido 1-hidroxietilideno-1, 1-difosfónico (ácido etidrónico), e Tiron[®], disponível a partir da Kodak com a designação química de ácido 4,5-di-hidroxi-m-benzeno-sulfónico / sal de sódio, e DTPA[®], disponível a partir da Aldrich com a designação química de ácido dietilenotriaminopentacético. As designações químicas e números CAS de alguns dos estabilizantes acima referidos encontram-se listados na Tabela II abaixo.

TABELA II

<u>Antioxidante</u>	<u>N.º CAS</u>	<u>Designação Química usada no Código de Regulamentações Federais</u>
Irganox [®] 1010	6683-19-8	Metano tetrakis [metileno (3,5-di-ter-butil-4-hidroxihidrocinamato)]
Irganox [®] 1035	41484-35-9	Tiodietileno bis (3,5-di-ter-butil-4-hidroxihidrocinamato)
Irganox [®] 1098	23128-74-7	N, N'-Hexametileno bis (3,5-di-ter-butil-4-hidroxihidrocinamida)
Irganox [®] 1171	31570-04-4 23128-74-7	Mistura 1:1 de Irganox [®] 1098 e Irgafos [®] 168
Irganox [®] 1425	65140-91-2	Bis [monoetil(3,5-di-ter-butil-4-hidroxibenzil)fosfonato] de cálcio

Irganox® 3114	27676-62-6	1,3,5-Tris(3,5-di-ter-butil-4-hidroxibenzil)-s-triazina-2,4,6-(1H, 3H, 5H)triona
Irganox® 3125	34137-09-2	Triéster do Ácido 3,5-Di-ter-butil-4- hidroxihidrocínamico com 1, 3, 5-tris (2-hidroxietil)-S-triazina-2,4,6-(1H, 3H, 5H)-triona
Irgafos® 168	31570-04-4	Tris (2,4-di-ter-butil-fenil) fosfito

Exemplos de agentes redutores incluem o borohidreto de sódio, ácido hipofosforoso, Irgafos® 168, e misturas destes.

(D) Meio Líquido

O meio líquido empregue nas presentes composições é, de preferência, pelo menos primariamente água, devido ao seu baixo custo, disponibilidade relativa, segurança, e compatibilidade ambiental. O teor de água no meio líquido é pelo menos 50%, de preferência pelo menos 60%, por peso do meio. O nível de meio líquido é inferior a 70, de preferência inferior a 65, mais preferentemente inferior a 50. Misturas de água e de solventes orgânicos de baixo peso molecular, por exemplo, < 100, por exemplo, álcoois de mais baixo peso molecular tais como o etanol, propanol, isopropanol ou butanol são úteis como meios líquidos. Os álcoois de mais baixo peso molecular incluem os álcoois monohídricos, dihídricos (glicol, etc.), trihídricos (glicerol, etc.) e polihídricos superiores (polióis).

(E) Ingredientes Opcionais

(1) Agente Opcional de Libertação de Sujidade

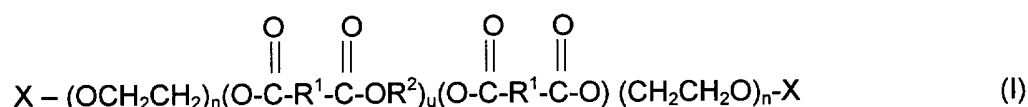
Opcionalmente, as composições neste contexto contêm entre 0 e 10%, de preferência entre 0,1 e 5%, e mais preferentemente entre 0,1 e 2%, de um agente de libertação de sujidade. De preferência, tal agente de libertação de sujidade é um polímero. Agentes poliméricos de libertação de sujidade úteis na presente invenção incluem os blocos copoliméricos de tereftalato e óxido de polietileno ou óxido de polipropileno, e similares. A patente US N.º 4.956.447, de Gosselink/Hardy/Trinh, concedida a 11 de Setembro de

1990, descreve agentes de libertação de sujidade preferíveis específicos compreendendo funcionalidades catiónicas, sendo a referida patente aqui incorporada por referência.

Um agente de libertação de sujidade preferível é um co-polímero possuindo blocos de tereftalato e de óxido de polietileno. Mais especificamente, estes polímeros são constituídos por repetidas unidades de tereftalato de etileno e/ou de propileno e tereftalato de óxido de polietileno numa razão molar de unidades de tereftalato de etileno para tereftalato de óxido de polietileno de entre 25:75 e 35:65, contendo o referido tereftalato de óxido de polietileno blocos de óxido de polietileno possuindo razões molares de entre 300 e 2.000. A razão molar deste agente polimérico de libertação de sujidade está na gama entre 5.000 e 55.000.

Outro agente de libertação de sujidade preferível é um poliéster cristalizável com repetidas unidades de tereftalato de etileno contendo entre 10 e 15% em peso de unidades de tereftalato de etileno juntamente com entre 10 e 50% em peso de unidades de tereftalato de polioxietileno, derivadas de um polioxietileno glicol de peso molecular médio entre 300 e 6.000, e a razão molar de unidades de tereftalato de etileno para unidades de tereftalato de polioxietileno no composto polimérico cristalizável está entre 2:1 e 6:1. Exemplos deste polímero incluem os materiais disponíveis comercialmente Zelcon® 4780 (a partir da DuPont) e Milease® T (a partir da ICI).

Agentes de libertação de sujidade altamente preferíveis são polímeros da fórmula genérica (I):



em que X pode ser qualquer grupo terminal apropriado, com cada X sendo seleccionado de entre o grupo consistindo do H, e dos grupos alquilo ou acilo contendo entre cerca de 1 e cerca de 4 átomos de carbono, de preferência o metilo. n é seleccionado com vista à solubilidade em água e geralmente está entre 6 e 113, de preferência entre 20 e 50. u é crítico para a formulação numa composição líquida possuindo uma força iónica relativamente elevada. Deverá existir muito pouco material em que u seja superior a 10.

Adicionalmente, deverá existir pelo menos 20%, de preferência pelo menos 40%, de material no qual u varie entre 3 e 5.

Os fragmentos R^1 são essencialmente fragmentos 1,4-fenileno. Tal como aqui usado, o termo "os fragmentos R^1 são essencialmente fragmentos 1,4-fenileno" refere-se a compostos em que os fragmentos R^1 consistam inteiramente de fragmentos 1,4-fenileno, ou estejam parcialmente substituídos por outros fragmentos arileno ou alcarileno, fragmentos alquileno, fragmentos alquenileno, ou misturas destes. Os fragmentos arileno e alcarileno que podem ser parcialmente substituídos por 1,4-fenileno incluem o 1,3-fenileno, 1,2-fenileno, 1,8-naftileno, 1,4-naftileno, 2,2-bi-fenileno, 4,4-bi-fenileno e misturas destes. Os fragmentos alquileno e alquenileno que podem ser parcialmente substituídos incluem o etileno, 1,2-propileno, 1,4-butileno, 1,5-pentileno, 1,6-hexametileno, 1,7-heptametileno, 1,8-octametileno, 1,4-ciclohexileno, e misturas destes.

Para os fragmentos R^1 , o grau de substituição parcial com outros fragmentos que não o 1,4-fenileno, deverá ser tal que as propriedades de libertação de sujidade do composto não sejam adversamente afectadas em qualquer extensão. Geralmente, o grau de substituição parcial que pode ser tolerado irá depender do comprimento da cadeia central do composto, isto é, cadeias centrais mais longas podem possuir maior grau de substituição parcial para os fragmentos de 1,4-fenileno. Usualmente, os compostos em que R^1 compreenda entre 50 e 100% de fragmentos de 1,4-fenileno (entre 0 e 50% de outros fragmentos que não o 1,4-fenileno) possuem actividade de libertação de sujidade adequada. Por exemplo, os poliésteres preparados de acordo com a presente invenção com uma razão molar de ácido isoftálico (1,3-fenileno) para tereftálico (1,4-fenileno) de 40:60 possuem actividade de libertação de sujidade adequada. Contudo, porque a maior parte dos poliésteres usados no fabrico de fibras contém unidades de tereftalato de etileno, é usualmente desejável que se minimize o grau de substituição parcial com fragmentos que não o 1,4-fenileno para uma melhor actividade de libertação de sujidade. De preferência, os fragmentos R^1 consistem inteiramente (isto é, contém 100%) de fragmentos 1,4-fenileno, isto é, cada fragmento R^1 é um 1,4-fenileno.

Para os fragmentos R^2 , os fragmentos de etileno ou de etileno substituído apropriados incluem o etileno, 1,2-propileno, 1,2-butileno, 1,2-hexileno, 3-metoxi-1,2-propileno e misturas destes. De preferência, os fragmentos R^2 são essencialmente fragmentos etileno, fragmentos 1,2-propileno ou misturas destes. A inclusão de uma maior

percentagem de fragmentos etileno tende a melhorar a actividade de libertação de sujidade dos compostos. A inclusão de uma maior percentagem de fragmentos de 1,2-propileno tende a melhorar a solubilidade dos compostos em água.

Por consequência, a utilização de fragmentos de 1,2-propileno ou de um equivalente ramificado similar é desejável para incorporação de qualquer parte substancial do componente de libertação de sujidade nas composições líquidas amaciadoras de têxteis. De preferência, entre 75 e 100%, e mais preferentemente, entre 90 e 100%, dos fragmentos R² são fragmentos 1,2-propileno.

O valor de cada n é pelo menos 6, e de preferência, é pelo menos 10. O valor de cada n usualmente varia na gama entre 12 e 113. Tipicamente, o valor de cada n está na gama entre 12 e 43.

Uma descrição mais completa destes agentes de libertação de sujidade altamente preferíveis está contida no Pedido de Patente Europeia n.º 185.427, de Gosselink, publicado a 25 de Junho de 1986, aqui incorporado como referência.

(2) Bactericidas Opcionais

Exemplos de bactericidas que podem ser usados em composições desta invenção são os parabenos, especialmente o metilo, glutaraldeído, formaldeído, 2-bromo-2-nitropropano-1,3-diol comercializado pela Inolex Chemicals sob a designação comercial de Bronopol®, e uma mistura de 5-cloro-2-metil-4-isotiazolina-3-ona e 2-metil-4-isotiazolina-3-ona comercializada pela Rohm and Haas Company sob a designação comercial de Kathon® CG/ICP. Níveis típicos de bactericidas usados nas presentes composições estão entre cerca de 1 e cerca de 2.000 ppm por peso da composição, dependendo do tipo de bactericida seleccionado. O metil parabeno é especialmente eficaz no que se refere ao crescimento de bolor em composições aquosas amaciadoras de têxteis com menos de 10% em peso do composto diéster.

(3) Outros Ingredientes Opcionais

A presente invenção pode incluir outros componentes opcionais convencionalmente usados em composições de tratamento de têxteis, por exemplo, corantes, perfumes,

conservantes, abrillantadores ópticos, opacificadores, agentes amaciadores de têxteis, surfactantes, estabilizantes tais como *guar gum* e polietileno glicol, e agentes anti-encolhimento, agentes anti-rugas, agentes de endurecimento do têxtil, agentes anti-manchas, germicidas, fungicidas, agentes anti-corrosão, agentes anti-espuma, e similares.

Um agente adicional e opcional de amaciamento da presente invenção é um material não iónico amaciador de têxteis. Tipicamente, tais materiais não iónicos amaciadores de têxteis possuem um HLB entre 2 e 9, e mais tipicamente entre 3 e 7. Tais materiais não iónicos amaciadores de têxteis tendem a estar prontamente dispersos quer por si próprios, ou quando combinados com outros materiais tais como o surfactante catiónico de uma única cadeia alquilo longa descrito em detalhe atrás. A dispersabilidade pode ser melhorada usando mais surfactante catiónico de uma única cadeia alquilo longa, misturado com outros materiais tal como avançado aqui, usando água mais quente, e/ou mais agitação. Em geral, os materiais seleccionados deverão ser relativamente cristalinos, possuírem um mais elevado ponto de fusão ($> \sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$) e serem relativamente insolúveis em água.

O nível de amaciador não iónico opcional na composição sólida está tipicamente entre 10 e 40%, de preferência entre 15 e 30%, e a razão do amaciador não iónico opcional para DEQA está entre 1:6 e 1:2, de preferência entre 1:4 e 1:2. O nível de amaciador não iónico opcional na composição líquida está tipicamente entre 0,5% e 10%, de preferência entre 1 e 5%.

Amaciadores não iónicos preferíveis são ésteres parciais de ácidos gordos de álcoois polihídricos, ou os seus anidridos, em que o álcool, ou anidrido, contém entre 2 e 18, de preferência entre 2 e 8, átomos de carbono, e cada fragmento de ácido gordo contém entre 12 e 30, de preferência entre 16 e 20, átomos de carbono. Tipicamente, tais amaciadores contêm entre um e 3, de preferência 2 grupos de ácido gordo por molécula.

A porção de álcool polihídrico do éster pode ser etileno glicol, glicerol, poli (por exemplo, di-, tri-, tetra-, penta-, e/ou hexa-) glicerol, xilitol, sucrose, eritritol, pentaeritritol, sorbitol ou sorbitano. Os ésteres de sorbitano e o monoestearato de poliglicerol são particularmente preferíveis.

A porção do ácido gordo do éster é normalmente derivada dos ácidos gordos possuindo entre 12 e 30, de preferência entre 16 e 20, átomos de carbono, exemplos típicos dos referidos ácidos gordos sendo o ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico e ácido behénico.

Os agentes amaciadores não iónicos opcionais altamente preferíveis para utilização na presente invenção são os ésteres de sorbitano, que são produtos esterificados da desidratação do sorbitol, e os ésteres de glicerol.

O sorbitol, que é tipicamente preparado através da hidrogenação catalítica da glucose, pode ser desidratado da forma bem conhecida para formar misturas de anidridos de 1,4- e 1,5-sorbitol e pequenas quantidades de isosorbídeos. (Veja-se a patente US n.º 2.322.821, de Brown, concedida a 29 de Junho de 1943, incorporada aqui como referência).

Os precedentes tipos de misturas complexas de anidridos de sorbitol são referidos colectivamente neste contexto como "sorbitano". Será reconhecido que esta mistura de "sorbitano" irá conter também algum sorbitol livre e não cíclico.

Os agentes de amaciamento à base de sorbitano preferíveis do tipo aqui empregue podem ser preparados por esterificação da mistura de "sorbitano" com o grupo acilo gordo da forma padrão, por exemplo, por reacção com um haleto de ácido gordo ou com um ácido gordo. A reacção de esterificação pode ocorrer em qualquer das fórmulas hidroxílicas disponíveis, e vários mono-, di-, etc., ésteres podem ser preparados. De facto, as misturas de mono-, di-, etc., ésteres resultam quase sempre deste tipo de reacções, e as razões estequiométricas dos reagentes podem ser simplesmente ajustadas para favorecer a formação do produto reaccional desejado.

Para a produção comercial dos materiais de éster de sorbitano, a esterificação e a esterificação são geralmente levadas a cabo através do mesmo passo de preparação fazendo o sorbitol reagir directamente com os ácidos gordos. Tal método de preparação do éster de sorbitano é descrito em maior detalhe em MacDonald; "Emulsifiers: Processing and Quality Control", in Journal of the American Oil Chemists' Society, Vol. 45, Outubro de 1968.

Detalhes, incluindo a fórmula, dos ésteres de sorbitano preferíveis podem ser encontrados na Pat. US n.º 4.128.484, incorporada aqui por referência.

Alguns derivados dos ésteres de sorbitano preferíveis neste contexto, especialmente dos seus etoxilatos "inferiores" (isto é, mono-, di-, e tri-ésteres em que um ou mais dos grupos -OH não esterificados contêm entre um e cerca de 20 fragmentos oxietileno [Tweens®]) são também úteis na composição da presente invenção. Por consequência, para os propósitos da presente invenção, o termo "éster de sorbitano" inclui tais derivados.

Para os propósitos da presente invenção, é preferível que uma quantidade significativa de di- e tri- ésteres de sorbitano estejam presentes na mistura de ésteres. As misturas de ésteres possuindo entre 20 e 50% de mono-éster, 25 e 50% de di-éster e entre 10 e 35% de tri- e tetra-ésteres são preferíveis.

O material que é vendido comercialmente como mono-éster de sorbitano (por exemplo, monoestearato) contém de facto quantidades significativas de di- e tri-ésteres e uma análise típica do monoestearato de sorbitano indica que este contém cerca de 27% de mono-, 32% de di- e 30% de tri- e tetra-ésteres. O monoestearato de sorbitano comercial é por consequência o material preferível. Misturas de estearato de sorbitano e de palmitato de sorbitano possuindo razões mássicas de estearato/palmitato variando entre 10:1 e 1:10, e ésteres de 1,5-sorbitano são úteis. Ambos os ésteres de 1,4- e 1,5-sorbitano são úteis neste contexto.

Outros ésteres de sorbitano de alquilo úteis para utilização nas composições amaciadores aqui tratadas incluem o monolaureato de sorbitano, o monomiristato de sorbitano, o monopalmitato de sorbitano, o monobehenato de sorbitano, o monooleato de sorbitano, o dilaureato de sorbitano, o dimiristato de sorbitano, o dipalmitato de sorbitano, o diestearato de sorbitano, o dibehenato de sorbitano, o dioleato de sorbitano, as misturas destes, e as misturas de mono- e di-ésteres de sorbitano de alquilo derivado do sebo. Tais misturas são preparadas prontamente através da reacção dos sorbitanos hidroxissubstituídos precedentes, particularmente do 1,4 e do 1,5-sorbitanos, com o correspondente ácido ou cloreto de ácido numa simples reacção de esterificação. Será reconhecido, concerteza, que os materiais comerciais preparados desta forma irão compreender misturas usualmente contendo proporções menores de sorbitol não cíclico,

ácidos gordos, polímeros, estruturas de isosorbídeo, e similares. Na presente invenção, é preferível que tais impurezas estejam presentes a um nível tão baixo quanto possível.

Os ésteres de sorbitano preferíveis empregues neste contexto podem conter até 15% em peso de ésteres C_{20} - C_{26} , e superiores, ácidos gordos, bem como quantidades menores de ésteres gordos C_8 , e inferiores.

Os ésteres de glicerol e de poliglicerol, especialmente mono- e/ou di-ésteres de glicerol, diglicerol, triglicerol, e poliglicerol, de preferência mono-, são também preferíveis neste contexto (por exemplo, o monoestearato de poliglicerol com a designação comercial de RADIUSURF 7248). Os ésteres de glicerol podem ser preparados a partir dos triglicéridos que ocorrem na natureza por processos de extracção, purificação e/ou interesterificação convencionais ou por processos de esterificação do tipo adiantado aqui para os ésteres de sorbitano. Os ésteres parciais de glicerina podem também ser etoxilados para formar derivados susceptíveis de serem utilizados que são incluídos no termo "ésteres de glicerol".

Ésteres de glicerol e poliglicerol incluem os mono-ésteres com ácido esteárico, oléico, palmítico, láurico, isoesteárico, mirístico, e/ou behénicos e os diésteres dos ácidos esteárico, oléico, palmítico, láurico, isoesteárico, behénico e/ou mirístico. É compreendido que o mono-éster típico contém algum di-, e tri-éster, etc.

Os "ésteres de glicerol" incluem também o poliglicerol, por exemplo, desde os ésteres de diglicerol até aos ésteres de octaglicerol. Os polióis de poliglicerol são formados por condensação da glicerina ou da epíclorohidrina juntamente para ligar os fragmentos de glicerol através de ligações éter. Os mono- e/ou diésteres de polióis de poliglicerol são preferíveis, sendo os grupos acilo gordos tipicamente aqueles aqui descritos para os ésteres de sorbitano e de glicerol.

(F) Um Processo Preferível para a Preparação das Composições Aquosas Concentradas e Biodegradáveis Amaciadoras de Têxteis (Dispersões)

Esta invenção também inclui um processo preferível para a preparação de composições/dispersões amaciadoras de têxteis à base de amónio quaternário possuindo $\geq 28\%$ de princípio activo amaciador biodegradável, incluindo as descritas no pedido de

patente US co-pendente com o n.º de série 07/881.979, depositado a 12 de Maio de 1992, por Baker et al., sendo o referido pedido aqui incorporado por referência. Uma pré-mistura orgânica fundida do principio activo do amaciador de têxtil e de quaisquer outros materiais orgânicos, mas de preferência não dos perfumes, é dispersa numa base de água a 40 °C (104 °F). A dispersão é então arrefecida até entre -1 °C (30 °F) e 15,6 °C (60 °F) acima da temperatura de transição térmica mais elevada do principio activo do amaciador biodegradável de têxtil. O electrólito, tal como aqui descrito, é então adicionado numa gama entre 400 ppm e 7.000 ppm, mais preferentemente entre 1.000 ppm e 5.000 ppm, e ainda mais preferentemente entre 2.000 ppm e 4.000 ppm, a entre 30 e 60 °F acima da temperatura de transição térmica mais elevada. A moagem de elevada tensão de corte é levada a cabo a uma temperatura de entre 10 °C (50 °F) e 15 °C (59 °F) acima da temperatura de transição térmica mais elevada do principio activo do amaciador biodegradável do têxtil. A dispersão é então arrefecida até à temperatura ambiente e o electrólito restante é adicionado, tipicamente numa quantidade entre 600 ppm e 8.000 ppm, mais preferentemente entre 2.000 ppm e 5.000 ppm, e ainda mais preferentemente entre 2.000 e 4.000 ppm à temperatura ambiente. Como uma opção preferível, o perfume é adicionado à temperatura ambiente antes da adição do restante electrólito.

A referida pré-mistura orgânica é tipicamente constituída pelo referido principio activo do amaciador biodegradável de têxtil e, de preferência, pelo menos uma quantidade eficaz de adjuvante de processamento de álcool de baixo peso molecular, por exemplo, etanol ou isopropanol, de preferência, etanol.

O acima descrito processo preferível proporciona um método conveniente de preparação de dispersões aquosas concentradas e biodegradáveis amaciadoras de têxteis, tal como aqui especificado, quando a composição biodegradável amaciadora de têxteis consiste de entre 28 e 40%, mais preferentemente entre 28% e 35%, e ainda mais preferentemente entre 28 e 32%, de total de principio activo biodegradável amaciador de têxtil, e entre 1.000 ppm e 15.000 ppm, mais preferentemente entre 3.000 ppm e 10.000 ppm, e ainda mais preferentemente entre 4.000 ppm e 8.000 ppm, do total de electrólito.

Num processo preferível de preparação de dispersões biodegradáveis aquosas concentradas amaciadoras de têxteis tal como acima descritas, o perfume é adicionado à temperatura ambiente a uma concentração de entre 0,1 e 2%, de preferência entre 0,5 e 1,5% e, mais preferentemente, entre 0,8 e 1,4%, por peso total de dispersão aquosa.

No aspecto metodológico desta invenção, os têxteis ou fibras são postos em contacto com uma quantidade eficaz, geralmente entre cerca de 10 ml e 150 ml (por 3,5 kg de fibra ou de têxtil a ser tratado) dos princípios activos (incluindo o composto diéster) aqui mencionados, num banho aquoso. Claro que, a quantidade usada é baseada no julgamento do utilizador, dependendo da concentração da composição, do tipo da fibra ou do têxtil, do grau desejado de macieza, e similares. De preferência, o banho de enxaguamento contém entre 10 e 1.000 ppm, de preferência entre 50 e 500 ppm, dos compostos amaciadores DEQA aqui referidos.

Os grânulos podem ser formados preparando uma quantidade fundida, solidificando-a e arrefecendo-a, e então moendo e peneirando até ao tamanho desejado. É altamente preferível que as partículas primárias dos grânulos possuam um diâmetro de entre 50 e 1.000, de preferência entre 50 e 400, e mais preferentemente entre 50 e 200, microns. Os grânulos podem conter partículas maiores ou menores, mas de preferência entre 85 e 95%, mais preferentemente entre 95 e 100% dos grânulos, estão dentro da gama de dimensões indicada. As partículas maiores e menores não proporcionam emulsões/dispersões óptimas quando adicionadas à água. Outros métodos de preparação de partículas primárias podem ser usados incluindo arrefecimento em pulverização da quantidade fundida. As partículas primárias podem ser aglomeradas para formar um pó livre de impurezas, não viscoso, de fluxo livre. A aglomeração pode ter lugar numa unidade de aglomeração convencional (isto é, Misturador *Zig-Zag*, *Lodige*) por meio de um excipiente solúvel em água. Exemplos de excipientes solúveis em água úteis no acima referido processo de aglomeração incluem o glicerol, polietileno glicóis, polímeros tais como o PVA, poliacrilatos, e polímeros naturais tais como açúcares.

As propriedades de fluxo dos grânulos podem ser melhoradas tratando a sua superfície com adjuvantes de fluxo tais como partículas de barro, sílica ou zeólitos, sais inorgânicos solúveis em água, amido, etc.

EXEMPLOS I e IA

<u>Componente</u>	<u>I</u> <u>% mássica</u>	<u>IA</u> <u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	26,0	26,0
Ácido Hidroclórico	0,018	0,0082

Ácido Cítrico	-	0,005
Corante Azul 651 Liquitint® (1%)	0,25	0,25
Perfume	1,35	1,35
Tenox® S-1	0,10	-
Irganox® 3125	-	0,035
Kathon® (1,5%)	0,02	0,02
Anti-espuma DC-2210 (10%)	0,15	0,15
Solução de CaCl ₂ (15%)	4,33	3,33
Água DI	O restante	O restante

pH = 2,8 – 3,5

Viscosidade = 35 – 60 mPa

¹Cloreto de di(taloíloxietyl)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos são derivados de ácidos gordos com IVs e razões de isómeros cis/trans tal como especificado na Tabela I. O diéster inclui o monoéster numa razão mássica de 11:1 de diéster para monoéster.

As composições acima são preparadas através do seguinte processo:

1. Aquecimento, em separado, da pré-mistura de composto diéster com o Irganox 3125 e a base de água contendo HCl, ácido cítrico (se utilizado), e agente anti-espuma até $73,9 \pm 15$ °C (165 ± 5 °F) (Nota: para o exemplo Ia, o ácido cítrico pode substituir totalmente o HCl, se desejado);
2. Adição da pré-mistura do composto de diéster à base de água durante 5 a 6 minutos. Durante a injeção, misturar (600 – 1.000 rpm) e moer (8.000 rpm com um moinho *IKA Ultra Turrax T-50*) o lote;
3. Adição de 500 ppm de CaCl₂ aproximadamente a meio do tempo de injeção;
4. Adição de 2.000 ppm de CaCl₂ durante 2 – 7 minutos (200 – 2.500 ppm/minuto) e agitação simultânea a 800 – 1.000 rpm após a injeção da pré-mistura estar completa a cerca de 150 – 165 °F;
5. Adição do perfume durante 30 segundos a 145 – 155 °F.;
6. Adição de corante e *Kathon* e misturar durante 30 – 60 segundos. Arrefecimento do lote até 70 – 80 °F;

7. Adição de entre 2.500 ppm e 4.000 ppm de CaCl_2 ao lote arrefecido e mistura.

Os ácidos gordos na Tabela I, usados para preparar os compostos diéster dos Exemplos I e la possuem as seguintes características. O processo de formação dos compostos diéster é como avançado atrás.

TABELA I

	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
Valor de iodo	43,0	53,9	53,6	39,8
% de Insaturação	45,18	45,44	42,76	36,57
Razão C_{18} Cis/Trans	0,56	11,22	13,00	1,41
% Cis	15,06	36,54	33,77	20,72
% Trans	26,95	3,26	2,60	14,65

TABELA I (Continuação)

	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>
Valor de iodo	55,0	56,7	56,3	47,4
% de Insaturação	51,15	51,33	47,04	44,31
Razão C_{18} Cis/Trans	9,12	13,93	12,17	6,14
% Cis	40,30	40,33	36,73	34,14
% Trans	4,42	2,90	3,02	5,56

TABELA I (Continuação)

	<u>9</u>	<u>10</u>
Valor de iodo	55,0	40,1
% de Insaturação	51,30	35,81
Razão C_{18} Cis/Trans	12,91	2,01
% Cis	40,12	22,25
% Trans	3,10	11,10

Os exemplos II – VII são compostos diéster derivados do ácido gordo da Tabela I, Número 2, com um IV de 53,9 e foram armazenados na forma fundida. Estes exemplos são medidas relativas de actividade e não são valores absolutos baseados em HPLC. Os Exemplos II, IV, e VI continham inicialmente 15,9% de etanol e 0,21% de água. Os exemplos III, V e VII continham inicialmente 18,8% de álcool isopropílico e 0,2% de água.

EXEMPLO II

(120 °F / 49 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	69	64	67
Monoéster	9	8	9

EXEMPLO III

(120 °F / 49 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	68	71	67
Monoéster	9	9	9

EXEMPLO IV

(150 °F / 66 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	69	68	67
Monoéster	9	8	9

EXEMPLO V

(150 °F / 66 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	68	67	68
Monoéster	9	9	10

EXEMPLO VI

(180 °F / 82 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	69	67	61
Monoéster	9	11	15

EXEMPLO VII

(180 °F / 82 °C)

	<u>Fresco</u>	<u>1 Semana</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	68	65	61
Monoéster	9	11	13

Não é observada qualquer degradação após um armazenamento de 3 semanas desde 120 °F / 49 °C a 150 °F / 66 °C. Cerca de 10% de degradação relativa é observada após 3 semanas a 180 °F / 82 °C.

EXEMPLO VIII

	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	32	32	32	32
Ácido Hidroclórico	-	-	-	0,10
Anti-espuma DC-2210 (10%)	0,10	0,10	0,10	0,10
Solução de CaCl ₂ (15%)	5,0	5,0	5,0	5,0
Éster de Colina de Coco	1,00	-	-	-
Éster de Colina de Sebo	-	1,00	-	-
Ácido Gordo de Coco	-	-	0,25	-
Óxido de Dimetilamina de Coco	-	-	-	1,00
Água DI	61,65	61,65	62,40	61,55

¹Cloreto de di(taloíloxietyl)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos são derivados de ácidos gordos com um IV de 55.

As composições acima são preparadas através do seguinte processo:

- (A) Injecção da pré-mistura de composto diéster e do ácido gordo, com uma temperatura de entre 54,5 °C (130 °F) e 87,8 °C (190 °C), de preferência 60,0 – 71,1 °C (140 – 160 °F), numa base ácida de água, com éster de colina ou óxido de amina (quando presente) e anti-espuma (quando presente), com uma temperatura de entre 54,5 °C (130 °F) e 87,8 °C (190 °F); de preferência 60,0 – 71,1 °C (140 – 160 °F), com agitação durante cerca de 3 minutos;
- (B) Adição de cerca de 3.750 ppm de solução de CaCl_2 durante 5 minutos após a injecção da pré-mistura estar completa e da temperatura ter descido para 37,8 – 54,4 °C (100 – 130 °F);
- (C) Moagem da composição durante 2 minutos a 7.000 rpm (Moinho *IKA Ultra Turrax*) após a adição do CaCl_2 ;
- (D) Adição de cerca de 3.750 ppm de solução de CaCl_2 após o lote ter sido arrefecido até à temperatura de entre 55 °F e 95 °F.

Se a inclusão de perfume na composição for desejada, o perfume é de preferência adicionado quer durante quer após o passo da moagem (C), e após a temperatura ter descido para $\leq 54,4$ °C (130 °F).

EXEMPLO IX

Composições Sólidas Particuladas Adicionadas à Água para Formar Composições Líquidas

<u>Componente</u>	<u>1</u> <u>% mássica</u>	<u>2</u> <u>% mássica</u>	<u>3</u> <u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	8,1	7,74	6,00
Álcool Gordo Etoxilado ²	0,5	0,86	-
PGMS ³	-	-	1,74
Cloreto de Éster de Colina de Coco	-	-	0,86
Resíduos (Perfume; anti-espuma)	0,35	0,35	0,35

- 1 Cloreto de di(taloíloxietil)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos são derivados de ácidos gordos com IVs e razões de isómeros cis/trans tal como indicado na Tabela I.
- 2 1 e 2 são C₁₆-C₁₈ E₁₈;
4 é C₁₆-C₁₈ E₁₁;
5 é C₁₆-C₁₈ E₁₈;
6 é C₁₆-C₁₈ E₅₀; e
7 é C₁₀ E₁₁.
- 3 Monoestearato de poliglicerol possuindo a designação comercial de Radiesurf 7248.

EXEMPLO IX – Continuação

	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
<u>Componente</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	7,6	7,6	7,6
Álcool Gordo Etoxilado ²	1	1	1

- 1 Cloreto de di(taloíloxietil)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos são derivados de ácidos gordos com IVs e razões de isómeros cis/trans tal como indicado na Tabela I.
- 2 1 e 2 são C₁₆-C₁₈ E₁₈; 4 é C₁₆-C₁₈ E₁₁; 5 é C₁₆-C₁₈ E₁₈; 6 é C₁₆-C₁₈ E₅₀; e
7 é C₁₀ E₁₁.

EXEMPLO IX – Continuação

	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>
<u>Componente</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	7,6	8,1	23,5
Álcool Gordo Etoxilado ²	1	-	-

PGMS³

Cloreto de Éster de Colina de Coco	-	0,5	2,5
Resíduos (Perfume; anti-espuma)	-	0,35	1,5
Electrólito	-	-	0,4

4 Cloreto de di(taloíloxietil)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos são derivados de ácidos gordos com IVs e razões de isómeros cis/trans tal como indicado na Tabela I.

5 1 e 2 são C₁₆-C₁₈ E₁₈;

4 é C₁₆-C₁₈ E₁₁;

5 é C₁₆-C₁₈ E₁₈;

6 é C₁₆-C₁₈ E₅₀; e

7 é C₁₀ E₁₁.

6 Monoestearato de poliglicerol possuindo a designação comercial de RADIUSURF 7248.

As composições líquidas acima são preparadas a partir das correspondentes composições sólidas possuindo o mesmo material activo, numa base de 100% de peso activo, através do procedimento dado abaixo. Isto mostra a habilidade surpreendente das composições sólidas particuladas aqui referidas para se dispersarem eficazmente a seguir à sua simples adição à água morna acompanhada de agitação suave (por exemplo, agitação manual). Melhores resultados são obtidos usando temperaturas mais elevadas e/ou condições de agitação eficazes, por exemplo, agitação de elevada tensão de corte, moagem, etc. Contudo, mesmo as condições suaves proporcionam composições aquosas aceitáveis.

Procedimento

O diéster fundido é misturado com o álcool gordo etoxilado fundido ou com o cloreto de éster de colina de coco fundido. No n.º 3, PGMS fundido é também adicionado. A mistura é arrefecida e solidificada vertendo-a sobre uma placa metálica e depois moída. O

solvente é removido por um Rotovapor® (2 horas a 40 – 50 °C ao vácuo máximo). O pó resultante é moído e peneirado. A reconstituição do pó é padronizada como se segue.

O total de sólido activo é 8,6% (diéster e álcool gordo etoxilado). A água de rede é aquecida a 35 °C (95 °F). O anti-espuma é adicionado à água. O pó activo é misturado com o pó de perfume. Esta mistura é pulvilhada sobre a água com agitação contínua (até 2.000 rpm por 10 minutos). Este produto é arrefecido por meio de uma espiral de arrefecimento antes do armazenamento. O produto fresco é transferido para uma garrafa e deixado arrefecer.

EXEMPLO X

Estabilidade da Viscosidade das Composições Contendo Composto Diéster

	<u>A</u>	<u>B</u>
<u>Componente</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	20	20
CaCl ₂	0,072	0,072
HCl	0,07	0,07
Água DI	O restante	O restante

¹A é um cloreto de di(taloíloxietyl)dimetil amónio duro com um IV de ácido gordo < 3, virtualmente toda a insaturação se apresentando na forma trans. B é o cloreto de di(alquiloxietyl)dimetil amónio insaturado com a seguinte distribuição aproximada: C₁₄ (4%), C₁₆ (30%) e C₁₈ (65%). O IV do ácido gordo é 11,3, contendo 12,6% de C₁₈ com uma única insaturação. Este C₁₈ insaturado contém 70% (8,87% do alquilo total) do isómero cis e 30% do isómero trans (3,8% do alquilo total).

Viscosidade (mPas)

	<u>4 °C</u>	<u>10 °C</u>	<u>Ambiente</u>	<u>35 °C</u>
A: Fresco	-	-	30	-
3 dias	680	28	25	30
1 semana	Gel	800	20	32
2 semanas	Gel	Gel	15	48

B: Fresco	-	-	27	-
3 dias	35	32	25	32
1 semana	40	34	25	27
2 semanas	52	35	27	30

EXEMPLO XI

Composições Concentradas de Diéster com Baixa Estabilidade Térmica

<u>Componente</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	22,7
PGMS ²	3,5
Etoxilato de álcool de sebo (25)	1,5
Polímero de Libertação de Sujidade ³	0,33
Anti-espuma de silicone	0,019
CaCl ₂	0,29
HCl	0,08
PEG 4000	0,60
Resíduos	1,00
Água DI	O restante

- 1 Cloreto de di(taloíloxietyl)dimetil amónio mole em que o grupo acilo gordo é derivado de ácidos gordos com um IV de 18 e uma razão mássica de isómeros cis/trans de 70/30.
- 2 Monoestearato de poliglicerol possuindo a designação comercial de Radiesurf 248.

- 3 Co-polímero de óxido de etileno e tereftalato com a fórmula genérica de libertação de sujidade (I) em que cada X é o metilo, cada n é 40, u é 4, cada R¹ é essencialmente um fragmento 1,4-fenileno, cada R² é essencialmente o etileno, fragmentos 1,2-propileno, ou misturas destes.

EXEMPLO XII

<u>Componente</u>	<u>A</u> <u>% mássica</u>	<u>B</u> <u>% mássica</u>	<u>C</u> <u>% mássica</u>	<u>D</u> <u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	77,0	76,0	76,5	77,0
Composto Monoéster	4,0	6,1	7,0	7,0
Diésteramina e HCl	3,2	3,0	2,4	2,5
Diésteramina				
Ácido Gordo	1,5	0,5	0,5	0,3
Álcool Isopropílico	14,0	14,0	-	-
Etanol	-	-	13,1	13,6
Água	0,1	0,2	0,4	0,1
BHT	0,1	0,1	-	-
Propilgalato	-	-	0,1	-
Irganox [®] 3125	-	-	-	0,05
Ácido Cítrico	0,10	0,10	0,05	0,005
Totais	100,0	100,0	100,0	100,0

IV do Ácido Gordo	18	55	47	56
-------------------	----	----	----	----

- 1 Cloreto de di(taloíloxietyl)dimetil amónio mole em que os grupos acilo gordos de A possuem um IV de 18 e uma razão cis/trans de 70/30. B, C e D são derivados dos grupos acilo gordos com IVs e razões de isómeros cis/trans tal como descrito na Tabela I, N^os 9 e 8, respectivamente.

EXEMPLO XIII

O exemplo XIII é um composto diéster derivado do ácido gordo da Tabela I, N.º 1, com um IV de 43 armazenado na forma fundida. Estas são medidas relativas de activo baseadas em HPLC. O nível inicial de etanol é aproximadamente 12 – 13% em cada amostra. A

amostra contendo 0,2% em peso de água mostra melhor estabilidade perante o armazenamento durante 3 semanas.

	(150 °F / 66 °C)	
	<u>Fresco</u>	<u>3 Semanas</u>
	<u>% Máss.</u>	<u>% Máss.</u>
Diéster	76	75
Monoéster	8	9
Água	0,2	0,53
Diéster	77	74
Monoéster	9	10
Água	0,68	0,71
Diéster	76	73
Monoéster	9	12
Água	1,1	1,23
Diéster	76	71
Monoéster	9	12
Água	1,7	1,42

EXEMPLO XIV

	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>	<u>% mássica</u>
Composto Diéster ¹	32	32	32	32
Ácido Hidroclórico	0,04	0,04	0,04	0,01
Anti-espuma DC-2210 (10%)	0,10	0,10	0,10	0,10
CaCl ₂	0,75	0,75	0,75	0,80
Ácido Gordo de Coco	1,5	0,25	0,25	-
Etanol	3,90	4,50	4,90	5,25
Perfume	1,35	1,35	1,35	1,35
Água DI	60,40	61,10	60,70	60,50

1 Cloreto de di(soft tallowoyloxyetil)dimetil amónio.

As composições atrás são preparadas através do seguinte processo:

1. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água e moagem a 70 – 75 °C; adição de 500 ppm de CaCl_2 a 70 °C; adição de 3.500 ppm de CaCl_2 a 65 °C; adição de perfume a 63 °C; e adição de 3.500 ppm de CaCl_2 a 25 °C;
2. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água e moagem a 70 – 75 °C; adição de 500 ppm de CaCl_2 a 70 °C; adição de 3.500 ppm de CaCl_2 a 60 °C; adição de 3.500 ppm de CaCl_2 a 24 °C; e adição de perfume a 23 °C;
3. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água a 70 – 75 °C; adição de 500 ppm de CaCl_2 a 70 °C; adição de 2.500 ppm de CaCl_2 a 40 °C; adição de 4.500 ppm de CaCl_2 a 23 °C; moagem a 22 °C; e adição de perfume a 22 °C;
4. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água a 60 °C; adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 40 °C; moagem a 30 °C; adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 23 °C; e adição de perfume a 23 °C;
5. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água a 60 °C; adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 40 °C; adição de perfume e moagem a 30 °C; e adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 23 °C;
6. Injecção da pré-mistura* numa base ácida de água a 60 °C; adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 40 °C; moagem a 32 °C; adição de perfume a 23 °C; e adição de 3.750 ppm de CaCl_2 a 23 °C;
7. Injecção da pré-mistura** numa base ácida de água a 65 °C; adição de 4.000 ppm de CaCl_2 a 40 °C; moagem a 33 °C; adição de perfume a 23 °C; e adição de 4.000 ppm de CaCl_2 a 23 °C.

* A pré-mistura contém o activo, o etanol e o ácido gordo de coco.

** A pré-mistura contém o activo e o etanol.

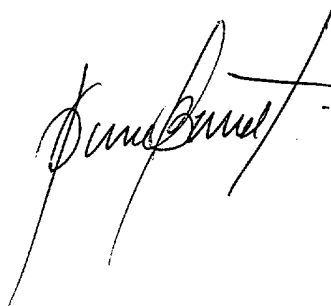
EXEMPLO XIV - Continuação

<u>Composição</u>	<u>Chave do</u> <u>Processo</u>	<u>Viscosidade</u> <u>Inicial</u>	<u>Viscosidade</u> <u>após</u> <u>Envelhecimento</u>	<u>Volume da</u> <u>Fase Dispersa</u>
I	1	Crema	--	NA
II	2	448 cp	--	NA
II	3	143 cp	390 mPa (5 dias)	NA
III	4	58 cp	333 mPa (3 dias)	73 – 74%
III	5	145 cp	175 mPa (13 dias)	71%
III	6	125 cp	162 mPa (13 dias)	66 – 67%
IV	7	112 cp	125 mPa (14 dias)	68%

Lisboa, 28 JUN. 2000

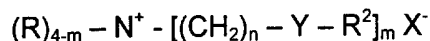
Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

DR. PAULO VIEIRA BARRETO
Agente Oficial da Propriedade Industrial
Arco da Conceição, 3 - 1º - 1100 LISBOA



REIVINDICAÇÕES

1. Composto de amónio quaternário possuindo a estrutura:



em que

cada Y é $-O-(O)C-$, ou $-C(O)-O-$;

m é 2 ou 3;

n está entre 1 e 4;

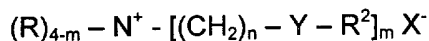
cada R é um grupo alquilo ou um grupo benzilo C_1-C_6 , ou misturas destes;

cada R^2 é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído $C_{11}-C_{21}$, de preferência derivado de um ácido gordo possuindo pelo menos 90% de comprimento de cadeia $C_{16}-C_{18}$; e

X é qualquer anião compatível com o amaciador;

em que o composto é derivado de grupos acilo gordos $C_{12}-C_{22}$ possuindo um Valor de Iodo superior a 20 e inferior a 100, de preferência entre 20 e 65, e mais preferentemente entre 40 e 60, para um controlo estático óptimo; o nível de insaturação dos grupos acilo gordos é inferior a 65% em peso, em que os referidos compostos são capazes de formar composições aquosas concentradas com concentrações superiores a 13% em peso sem modificadores de viscosidade que não os normais solventes orgânicos polares presentes na matéria-prima do composto ou do electrólito adicionado; em que qualquer dos grupos acilo gordos derivados do sebo têm que ser modificados; e em que a razão mássica de isómeros cis/trans é superior a 80/20.

2. Composto de amónio quaternário possuindo a estrutura:



em que

cada Y é $-O-(O)C-$, ou $-C(O)-O-$;

m é 2 ou 3;

n está entre 1 e 4;

cada R é um grupo alquilo ou um grupo benzilo C_1-C_6 , ou misturas destes;

cada R^2 é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído $C_{11}-C_{21}$, de preferência derivado de um ácido gordo possuindo pelo menos 90% de comprimento de cadeia $C_{16}-C_{18}$; e

X é qualquer anião compatível com o amaciador;

em que o composto é derivado de grupos acilo gordos $C_{12}-C_{22}$ possuindo um Valor de Iodo superior a 5 e inferior a 25, de preferência entre 10 e 25, mais preferentemente entre 15 e 20, para uma estabilidade óptima a baixa temperatura; e a razão mássica de isómeros cis/trans é superior a 30/70, de preferência superior a 50/50, e mais preferentemente superior a 70/30.

3. Composição estável e homogénea amaciadora de têxteis seleccionada de entre o grupo consistindo de:

- I. uma composição sólida particulada compreendendo:
 - (A) entre 50 e 95%, de preferência entre 60 e 90%, de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ; e
 - (B) entre 0 e 30% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:
 1. Alquilo de uma única cadeia longa $C_{10}-C_{22}$, surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco, éster de colina de sebo, e misturas destes;
 2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool $C_{10}-C_{14}$, com poli(10-18)etoxilato;
 3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
 4. Ácido gordo $C_{12}-C_{25}$, de preferência ácido gordo de coco; e
 5. Misturas destes; e
 - (C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C_8-C_{22} de ácido gálico, Irganox[®] 1010, Irganox[®] 1035, Irganox[®] B 1171, Irganox[®] 1425, Irganox[®] 3114, Irganox[®] 3125, e misturas destes;

II. uma composição líquida compreendendo:

(B) entre 5 e 50%, de preferência entre 15 e 50%, de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ; e

(B) entre 0 e 5% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:

1. Alquilo de uma única cadeia longa C_{10} - C_{22} , surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco ou éster de colina de sebo;
2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool C_{10} - C_{14} , com poli(10-18)etoxilato;
3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
4. Ácido gordo C_{12} - C_{25} , de preferência ácido gordo de coco; e
5. Misturas destes; e

(C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C_8 - C_{22} de ácido gálico, Irganox® 1010, Irganox® 1035, Irganox® B 1171, Irganox® 1425, Irganox® 3114, Irganox® 3125, e misturas destes; e

(D) um meio líquido aquoso;

em que o composto amaciador de têxtil à base de amónio quaternário é como definido na reivindicação 1, e as composições líquidas sendo estáveis sem modificadores de viscosidade não iónicos quando a concentração é inferior ou igual a 13%; em que de preferência a composição contém adicionalmente uma quantidade efectiva , até 10%, de um polímero com efeito de libertação da sujidade; e em que o modificador de dispersabilidade afecta a viscosidade ou a dispersabilidade da composição, ou ambas.

4. Uma composição estável e homogénea amaciadora de têxteis seleccionada de entre o grupo consistindo de:

I. uma composição sólida particulada compreendendo:

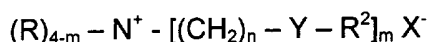
- (E) entre 50 e 95%, de preferência entre 60 e 90%, de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ; e
- (B) entre 0 e 30% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:
 1. Alquilo de uma única cadeia longa C₁₀-C₂₂, surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco ou éster de colina de sebo, e misturas destes;
 2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool C₁₀-C₁₄, com poli(10-18)etoxilato;
 3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
 4. Ácido gordo C₁₂-C₂₅, de preferência ácido gordo de coco; e
 5. Misturas destes; e
- (C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C₈-C₂₂ de ácido gálico, Irganox[®] 1010, Irganox[®] 1035, Irganox[®] B 1171, Irganox[®] 1425, Irganox[®] 3114, Irganox[®] 3125, e misturas destes; e

II. uma composição líquida compreendendo:

- (A) entre 5 e 50% de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ;
- (B) entre 0 e 5% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:
 1. Alquilo de uma única cadeia longa C₁₀-C₂₂, surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco; éster de colina de sebo, e misturas destes;
 2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool C₁₀-C₁₄, com poli(10-18)etoxilato;
 3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
 4. Ácido gordo C₁₂-C₂₅, de preferência ácido gordo de coco; e
 5. Misturas destes;
- (C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária,

tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C₈-C₂₂ de ácido gálico, Irganox[®] 1010, Irganox[®] 1035, Irganox[®] B 1171, Irganox[®] 1425, Irganox[®] 3114, Irganox[®] 3125, e misturas destes; e
(D) um meio líquido aquoso;

em que o composto amaciador de têxteis à base de amónio quaternário possui a fórmula:



em que

cada Y é -O-(O)C-, ou -C(O)-O-;

m é 2 ou 3;

n está entre 1 e 4;

cada R é um grupo alquilo ou um grupo benzilo C₁-C₆, ou misturas destes;

cada R² é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído C₁₁-C₂₁, de preferência derivado de um ácido gordo possuindo pelo menos 90% de comprimento de cadeia C₁₆-C₁₈; e

X é qualquer anião compatível com o amaciador;

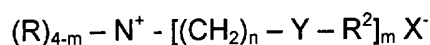
em que o composto é derivado de grupos acilo gordos C₁₂-C₂₂ possuindo um Valor de Iodo superior a 5 e inferior a 25, de preferência entre 10 e 25, e mais preferentemente entre 15 e 20, para uma estabilidade óptima a baixa temperatura; o nível de insaturação dos grupos acilo gordos está abaixo de 65% em peso; a razão mássica de isómeros cis/trans é superior a 30/70, de preferência superior a 50/50, e mais preferentemente superior a 70/30; em que o pH da composição líquida está entre 2 e 5; quando preferível para I., o tamanho de partícula está entre 50 e 1.000 microns; em que o modificador de dispersabilidade afecta a viscosidade, a dispersabilidade da composição, ou ambas; e de preferência em que a composição contém uma quantidade eficaz, até 10%, de um polímero com efeito de libertação de sujidade.

5. Compostos e composições de acordo com qualquer das reivindicações precedentes em que o teor de poli-insaturação dos grupos acilo gordos é inferior a 5% em peso, e de preferência inferior a 1% em peso.

6. Processo para a preparação da composição líquida amaciadora da reivindicação 4 ou uma composição líquida compreendendo:

- (A) entre 5 e 50%, de preferência entre 15 e 50%, de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ;
- (B) entre 0 e 5% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:
 - 1. Alquilo de uma única cadeia longa C_{10} - C_{22} , surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco ou éster de colina de sebo;
 - 2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool C_{10} - C_{14} , com poli(10-18)etoxilato;
 - 3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
 - 4. Ácido gordo C_{12} - C_{25} , de preferência ácido gordo de coco; e
 - 5. Misturas destes; e
- (C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C_8 - C_{22} de ácido gálico, Irganox[®] 1010, Irganox[®] 1035, Irganox[®] B 1171, Irganox[®] 1425, Irganox[®] 3114, Irganox[®] 3125, e misturas destes; e
- (D) um meio líquido aquoso;

em que o composto amaciador de têxtil à base de amónio quaternário possui a fórmula:



em que

cada Y é -O-(O)C-, ou -C(O)-O-;

m é 2 ou 3;

n está entre 1 e 4;

cada R é um grupo alquilo ou um grupo benzilo C_1 - C_6 , ou misturas destes;

cada R^2 é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído C_{11} - C_{21} , de preferência derivado de um ácido gordo possuindo pelo menos 90% de comprimento de cadeia C_{16} - C_{18} ; e

X^- é qualquer anião compatível com o amaciador;

em que o composto é derivado de grupos acilo gordos C_{12} - C_{22} possuindo um Valor de Iodo superior a 20 e inferior a 100, de preferência entre 20 e 65, e mais preferentemente entre 40 e 60, para um óptimo controlo estático; o nível de insaturação dos grupos acilo gordos está abaixo de 65% em peso; sendo as composições líquidas estáveis sem modificadores de viscosidade não iónicos quando a concentração é inferior ou igual a 13%; em que de preferência a composição contém adicionalmente uma quantidade efectiva, até 10%, de um polímero com efeito de libertação de sujidade; e em que o modificador de dispersabilidade afecta a viscosidade ou a dispersabilidade da composição, ou ambas, em que o referido processo compreende os passos de:

- (A) Injecção da pré-mistura do composto amaciador de têxtil à base de amónio quaternário, com uma temperatura entre 130 e 190 °F, de preferência entre 155 e 175 °F, numa base de água ácida, com uma temperatura de entre 130 e 190 °F, e de preferência entre 155 e 175 °F;
- (B) Mistura e moagem do lote durante a injecção;
- (C) Adição de entre 0 ppm e 1.000 ppm, de preferência entre 500 e 600 ppm, de $CaCl_2$ durante entre 1/2 e 2/3 do tempo de injecção;
- (D) Adição de entre 1.000 ppm e 5.000 ppm, de preferência entre 2.000 e 4.000 ppm, de $CaCl_2$ depois de a injecção da pré-mistura estar completa, de preferência quando a taxa de injecção estiver entre 200 e 2.500 ppm por minuto ao longo de um total de entre 2 e 7 minutos;
- (E) Adição do perfume a uma temperatura entre 105 e 160 °F, de preferência entre 145 e 155 °F; e
- (F) Adição de entre 1.000 ppm e 5.000 ppm, de preferência entre 2.000 e 4.000 ppm, de $CaCl_2$ depois de o lote estar arrefecido até à temperatura entre 55 °F e 95 °F, de preferência entre 65 °F e 85 °F;

em que o total de $CaCl_2$ na composição está entre 2.000 ppm e 11.000 ppm, de preferência entre 6.000 ppm e 7.500 ppm; e em que a composição não contém um modificador de viscosidade.

7. Processo para a preparação da composição líquida amaciadora da reivindicação 4 ou uma composição líquida compreendendo:

(A) entre 5 e 50%, de preferência entre 15 e 50%, de composto biodegradável amaciador de têxtil à base de amónio quaternário ;

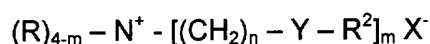
(B) entre 0 e 5% de um modificador de dispersabilidade seleccionado de entre o grupo consistindo de:

1. Alquilo de uma única cadeia longa C_{10} - C_{22} , surfactante catiónico, de preferência éster de colina de coco ou éster de colina de sebo;
2. Surfactante não iónico com pelo menos 8 fragmentos etóxido, de preferência um álcool C_{10} - C_{14} , com poli(10-18)etoxilato;
3. Óxido de amina, de preferência óxido de amina de coco;
4. Ácido gordo C_{12} - C_{25} , de preferência ácido gordo de coco; e
5. Misturas destes; e

(C) entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, ácido cítrico, ésteres C_8 - C_{22} de ácido gálico, Irganox® 1010, Irganox® 1035, Irganox® B 1171, Irganox® 1425, Irganox® 3114, Irganox® 3125, e misturas destes; e

(D) um meio líquido aquoso;

em que o composto amaciador de têxtil à base de amónio quaternário possui a fórmula:



em que

cada Y é $-O-(O)C-$, ou $-C(O)-O-$;

m é 2 ou 3;

n está entre 1 e 4;

cada R é um grupo alquilo ou um grupo benzilo C_1 - C_6 , ou misturas destes;

cada R^2 é um substituinte hidrocarbilo ou hidrocarbilo substituído C_{11} - C_{21} , de preferência derivado de um ácido gordo possuindo pelo menos 90% de comprimento de cadeia C_{16} - C_{18} ; e

X é qualquer anião compatível com o amaciador;

em que o composto é derivado de grupos acilo gordos C_{12} - C_{22} possuindo um Valor de Iodo superior a 20 e inferior a 100, de preferência entre 20 e 65, e mais preferentemente entre 40 e 60, para um óptimo controlo estático; o nível de insaturação dos grupos acilo gordos está abaixo de 65% em peso; sendo as composições líquidas estáveis sem modificadores de viscosidade não iónicos quando a concentração é inferior ou igual a 13%; em que de preferência a composição contém adicionalmente uma quantidade efectiva, até 10%, de um polímero com efeito de libertação de sujidade; e em que o modificador de dispersabilidade afecta a viscosidade ou a dispersabilidade da composição, ou ambas, em que o referido processo compreende os passos de:

- (A) Injecção da pré-mistura do composto amaciador de têxtil à base de amónio quaternário, com uma temperatura entre 130 °F e 190 °F numa base de água ácida, com uma temperatura de entre 130 e 190 °F;
- (B) Adição de entre 1.000 ppm e 5.000 ppm de $CaCl_2$ a uma temperatura entre 100 °F e 130 °F;
- (C) Moagem da composição; e
- (D) Adição de entre 1.000 ppm e 5.000 ppm de $CaCl_2$ depois do lote estar arrefecido até à temperatura entre 55 °F e 95 °F;

em que o total de $CaCl_2$ na composição está entre 2.000 ppm e 11.000 ppm, e em que o perfume é adicionado quer durante ou após o passo (C) mas antes do passo (D) e depois da temperatura ter descido para ≤ 130 °F.

8. Matéria-prima fundida de amaciador de têxteis, estável em termos de cor e de odor compreendendo:

- (A) Entre 0,1 e 92% de composto biodegradável amaciador de têxteis à base de amónio quaternário tal como definido na reivindicação 6;
- (B) Entre 8 e 18%, de preferência entre 12 e 16%, de solvente à base de álcool;
- (C) Entre 0 e 2% de um estabilizador, de preferência entre 0,01 e 0,2% de um agente estabilizador redutor, entre 0,035 e 0,1% de um agente antioxidante, e misturas destes;

em que o teor de água é inferior a 1%, de preferência inferior a 0,5%; em que de preferência o álcool é seleccionado de entre o grupo consistindo do etanol, álcool isopropílico, propileno glicol, etileno glicol, e misturas destes; e em que o estabilizador é de preferência seleccionado de entre o grupo consistindo do ácido ascórbico, propilgalato, palmitato ascórbico, hidroxitolueno butilado, butilhidroquinona terciária, tocoferóis naturais, hidroxianisole butilado, borohidreto de sódio, ácido hidrofosforoso, isopropil citrato, ésteres C₈-C₂₂ de ácido gálico, Irganox[®] 1010, Irganox[®] 1035, Irganox[®] B 1171, Irganox[®] 1425, Irganox[®] 3114, Irganox[®] 3125, Irgafos[®] 168 e misturas destes.

9. Processo de preparação de uma composição aquosa concentrada biodegradável amaciadora de têxteis à base de amónio quaternário na forma de dispersões possuindo $\geq 28\%$ de activo de amaciador de têxteis à base de amónio quaternário que compreende:

- (A) A dispersão da pré-mistura orgânica na base de água a cerca de 150 °F; em que a referida pré-mistura orgânica é composta por:
 - (1) Um amaciador biodegradável de têxteis à base de amónio quaternário ; e
 - (2) uma quantidade efectiva de álcool adjuvante do processo de baixo peso molecular;
- (B) O arrefecimento da dispersão resultante até uma temperatura entre cerca de 30 °F e cerca de 60 °F acima da temperatura de transição térmica mais elevada do amaciador biodegradável de têxtil à base de amónio quaternário ;
- (C) A adição de entre 400 e 7.000 ppm de electrólito a uma temperatura de entre cerca de 30 e cerca de 60 °F acima da temperatura de transição térmica do amaciador de têxtil e de preferência com moagem de elevada tensão de corte; e
- (D) O arrefecimento da dispersão até à temperatura ambiente seguida da adição de electrólito adicional, numa quantidade entre os 600 ppm e os 8.000 ppm;

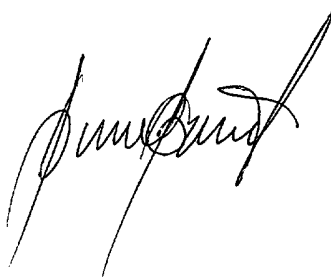
em que o amaciador de têxteis à base de amónio quaternário é tal como definido na reivindicação 6; em que o perfume é de preferência adicionado durante o Passo (D) após arrefecimento até à temperatura ambiente e

antes da adição do restante electrólito; em que de preferência a composição é essencialmente livre de modificadores de viscosidade ou dispersabilidade que não os álcoois de baixo peso molecular, os electrólitos e o perfume; e em que, de preferência, o nível total de electrólito está entre os 1.000 e os 15.000 ppm.

Lisboa, 28 JUN. 2000

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

DR. PAULO VIEIRA BARRETO
Agente Oficial da Propriedade Industrial
Arco da Conceição, 3 - 1º - 1100 LISBOA



RESUMO

COMPOSIÇÕES CONCENTRADAS E BIODEGRADÁVEIS AMACIADORAS DE TÊXTEIS À BASE DE AMÓNIO QUATERNÁRIO E COMPOSTOS CONTENDO CADEIAS DE ÁCIDO GORDO INSATURADO POSSUINDO UM VALOR DE IODO INTERMÉDIO

A presente invenção refere-se a compostos amaciadores; composições estáveis, homogêneas, de preferência concentradas, líquidas aquosas e sólidas, de tratamento de têxteis; e composições intermediárias e/ou processos para a preparação das referidas composições. As composições da presente invenção contêm compostos de diésteres de amónio quaternário em que os grupos acido gordos possuem um Valor de Iodo superior a cerca de 5 e inferior a cerca de 100, uma razão mássica de isómeros cis/trans superior a cerca de 30/70 quando o Valor de Iodo está abaixo de 25, o nível de insaturação sendo inferior a 65% em peso, em que os referidos compostos são capazes de formar composições aquosas concentradas com concentrações superiores a cerca de 13% em peso quando o Valor de Iodo é superior a 10 sem modificadores de viscosidade que não os normais solventes orgânicos polares presentes na matéria-prima do composto ou do electrólito adicionado.