

LU 1906

Brevet N° **86066**
du 3 septembre 1985
Titre délivré : **3 AVR. 1986**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société dite: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, 300 Park Avenue, New York, (1)
N.Y. 10022, Etats-Unis d'Amérique,
représentée par Monsieur A. Zewen, ing.-conseil en propriété industrielle, (2)
agissant en qualité de mandataire

dépose(nt) ce trois septembre 1985 quatre-vingt-cinq (3)
à 15⁰⁰ heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :
"Composition de détergent-assouplissant pour cycle de lavage" (4)

2. la délégation de pouvoir, datée de le
3. la description en langue française de l'invention en deux exemplaires;
4. / planches de dessin, en deux exemplaires;
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,
le 3 septembre 1985

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :
1) Andreas Jan SOMERS, 39 Sacramentstraat, 3700 TONGEREN, Belgique (5)
2) Geneviève BONNECHERE, rue de Loncin 84, 4341 AWANS, Belgique

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
(6) brevet déposée(s) en (7) EUA
le 4 septembre 1984 sous le no. 646.594 aux noms des inventeurs, dont la (8)
demanderesse est l'ayant-droit.

au nom de (9)
élit(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg
4, place Winston-Churchill, B.P. 447, Luxembourg (10)

solicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les
annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à 6 mois. (11)

Le mandataire

A. Zewen

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des
Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

3 septembre 1985

à 15⁰⁰ heures



Pr. le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes,
p. d.

A 68007

(1) Nom, prénom, firme, adresse — (2) s'il a lieu «représenté par...» agissant en qualité de mandataire — (3) date du dépôt
en toutes lettres — (4) titre de l'invention — (5) noms et adresses — (6) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité — (7)
pays — (8) date — (9) déposant originaire — (10) adresse — (11) 6, 12 ou 18 mois.

B. 76 265

Ajournement à 6 mois

LU 1906

M E M O I R E D E S C R I P T I F
déposé à l'appui d'une demande de
B R E V E T D ' I N V E N T I O N

au nom de la société dite:

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

pour:

"Composition de détergent-assouplissant pour
cycle de lavage"

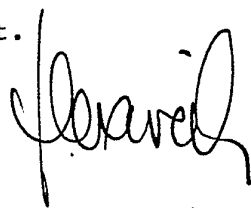
C.I. Priorité de la demande de brevet

américain No 646.594 déposée le

4 septembre 1984 aux noms de Andreas Jan

SOMERS et Geneviève BONNECHERE, dont la

demanderesse est l'ayant-droit.

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'J. Somers', is located to the right of the text 'demanderesse est l'ayant-droit.'A small handwritten mark, possibly a stylized 'L' or '7', is located at the bottom right corner of the page.

La présente invention concerne une composition et un procédé pour le nettoyage et l'assouplissement des tissus pendant le cycle de lavage d'une opération de blanchissage. Plus particulièrement, la présente invention
5 concerne des compositions assouplissantes destinées à être utilisées dans le cycle de lavage d'une opération de blanchissage, en particulier en utilisant de l'eau chaude, la composition comprenant un composé d'ammonium quaternaire cationique insoluble dans l'eau comme agent assouplissant
10 et un surfactif non ionique ayant un point de trouble supérieur à la température de lavage.

Les compositions utiles pour le traitement des tissus afin d'améliorer leurs caractéristiques de souplesse et de toucher sont connues en pratique.

15 Lorsqu'on les utilise dans le blanchissage domestique, les assouplissants pour tissus sont généralement ajoutés à l'eau de rinçage pendant le cycle de rinçage qui n'a une durée que d'environ 2 à 5 minutes. Par conséquent, l'utilisateur doit surveiller l'opération de blanchissage
20 ou prendre d'autres précautions afin que l'assouplissant des tissus soit ajouté à l'instant correct. Ceci exige que l'utilisateur revienne vers la machine à laver, soit immédiatement avant le début du cycle de rinçage de l'opération de lavage, soit au début de ce cycle, ce qui naturellement
25 est fastidieux pour l'utilisateur. En outre, on doit prendre des précautions particulières pour utiliser la quantité correcte de l'assouplissant afin d'éviter une dose excessive qui pourrait rendre les vêtements hydrophobes en déposant une pellicule grasseuse sur la surface des tissus,



ainsi qu'en leur conférant un certain degré de jaunissement.

Comme solution aux problèmes précités, on connaît l'utilisation d'assouplissants pour tissus qui sont compatibles avec les détergents de blanchissage courants, de sorte que les assouplissants peuvent être combinés avec les détergents en un seul emballage à utiliser pendant le cycle de lavage de l'opération de blanchissage. Des exemples de telles compositions assouplissant les tissus, ajoutées pendant le cycle de lavage, sont décrits dans les brevets des E.U.A. 3 351 438, 3 660 286 et 3 703 480. En général, ces compositions assouplissantes pour tissus pour cycle de lavage contiennent un assouplissant du type ammonium quaternaire cationique et d'autres ingrédients qui rendent les composés assouplissants compatibles avec les détergents de blanchissage courants.

On sait cependant que les composés assouplissants cationiques ajoutés au cycle de lavage, soit sous forme d'un ingrédient d'une composition détergente-assouplissante, soit comme assouplissant pour le cycle de lavage, interfèrent avec l'action d'avivage ainsi qu'avec le pouvoir nettoyant du détergent. Ainsi, on a cherché à compenser dans une certaine mesure cette interférence des compositions détergentes-assouplissantes en utilisant des surfactifs non ioniques, des taux supérieurs de composés d'avivage, la carboxyméthylcellulose, des composés anti-jaunissement, des agents d'azurage, etc. Cependant, on n'a obtenu qu'une faible amélioration des compositions assouplissantes pour cycle de lavage en utilisant divers détergents, dont la plupart sont anioniques.

Cependant, il existe un grand nombre de descriptions dans la technique concernant des compositions détergentes contenant des agents assouplissants cationiques, comprenant les agents assouplissants du type composé d'am-

2

monium quaternaire, et des composés surfactifs non ioniques. A titre représentatif de cette technique, on peut mentionner les brevets des E.U.A. 4 264 457, 4 239 659, 4 259 217, 4 222 905, 3 951 879, 3 360 470, 3 351 483, 5 3 644 203, etc.

Bien qu'un grand nombre de ces formulations de l'art antérieur fournissent un nettoyage et/ou un assouplissement satisfaisants dans de nombreuses conditions différentes, elles présentent encore les inconvénients de ne pas procurer un assouplissement convenable. - comparable par exemple aux assouplissants ajoutés au cycle de rinçage - en particulier dans des conditions de lavage en eau chaude, c'est-à-dire à une température de 60°C et plus ; de nécessiter la formation de complexes du composé cationique ; d'utiliser des composés cationiques hydrosolubles de plus faible pouvoir assouplissant, par exemple du type mono(alkyl supérieur)ammonium quaternaire ; d'être limitées aux compositions liquides, etc.

Bien qu'il soit courant que les compositions détergentes de blanchissage actuelles et que les machines de lavage automatique domestiques classiques, en particulier aux Etats-Unis, soient aptes à effectuer un lavage/nettoyage de tissus salis en utilisant de l'eau de lavage froide ou tiède, en particulier pour les tissus délicats, les tissus ne nécessitant pas de repassage, des tissus à plissage permanent, etc, on se rend néanmoins compte qu'un nettoyage plus efficace (élimination des salissures) nécessite des températures de lavage plus élevées. En outre, en Europe et dans d'autres pays, les machines à laver domestiques fonctionnent à des températures élevées de 60°C ou plus, pouvant atteindre la température d'ébullition de l'eau de lavage. Bien que ces températures élevées soient avantageuses pour éliminer les salissures, on n'en tire pas un avantage égal quant à l'action assouplissante.



La présente invention est basée sur la découverte selon laquelle le pouvoir assouplissant d'un système détergent à base d'un mélange d'un détergent non ionique et d'un assouplissant du type composé d'ammonium quaternaire cationique, est fortement amélioré en utilisant une classe limitée de composés non ioniques caractérisés par des points de trouble supérieurs à la température de lavage. En outre, cette amélioration du pouvoir assouplissant est obtenue avec une dégradation faible ou nulle du pouvoir de lavage (c'est-à-dire nettoyant).

Une relation entre le pouvoir nettoyant et le point de trouble d'un mélange de détergents non ioniques/cationiques est connue d'après les brevets des E.U.A. 4 222 905 et 4 259 217. Plus particulièrement, comme établi à la colonne 5, lignes 40-61 du brevet 4 259 217 précité :

"On décrit ici des procédés pour le blanchissage des tissus avec les compositions de la présente invention qui fournissent une plus grande élimination des salissures graisseuses et huileuses et des avantages pour l'entretien des tissus. Dans ces procédés, les compositions détergentes de blanchissage sont utilisées dans des conditions de température telles que la solution aqueuse de blanchissage se trouve à une température égale ou voisine (c'est-à-dire à environ 20°C près) du point de trouble (c'est-à-dire la température à laquelle une phase riche en surfactif non ionique se sépare dans la solution de blanchissage) du mélange de surfactifs non ioniques/cationiques. Ceci peut de préférence être obtenu en formulant ces mélanges de surfactifs non ioniques/cationiques de manière que leur point de trouble tombe entre environ 0 et

95°C, en particulier entre environ 10 et 70°C, en particulier entre environ 20 et 70°C, mieux encore entre environ 30 et environ 50°C. Pendant l'opération de lavage, la température de la solution de blanchissage est maintenue dans cette gamme de températures et à $\pm 20^\circ\text{C}$ de la température du point de trouble. On améliore encore le rendement lorsque la température de la solution aqueuse de blanchissage se situe à $\pm 15^\circ\text{C}$, plus particulièrement à environ $\pm 10^\circ\text{C}$ du point de trouble du mélange de surfactifs non ioniques/cationiques."

Apparemment, la nécessité d'opérer à des températures de lavage égales ou inférieures au point de trouble est basée sur l'hypothèse que le point de trouble du mélange de surfactifs dans l'eau de lavage correspond à la température à laquelle les micelles de l'agrégat d'agent tensio-actif s'agglomèrent dans une mesure telle que ces agrégats grossissent au point qu'ils se séparent de la solution et, par suite, qu'on observe une turbidité. Une élévation supplémentaire de la température conduit à une séparation complète des phases de l'eau et du surfactif non ionique et, par suite, l'action détersive exercée sur les tissus salis et l'aptitude globale de nettoyage sont perdues.

Cependant, bien qu'il soit établi par le brevet des E.U.A. 4 259 217 précité que les mélanges non ioniques/cationiques peuvent "selon l'identité et la concentration du composant cationique... fournir les avantages connus dans l'art antérieur en ce qui concerne ces composés cationiques, par exemple... les effets assouplissants pour textiles", il est néanmoins évident qu'il n'y est pas reconnu ni suggéré que les effets assouplissants des composés cationiques puissent être très améliorés par l'utilisation

de certains composés non ioniques ayant des températures élevées de point de trouble, en soi. Ceci revient à dire que, bien que les brevets des E.U.A. 4 222 905 et 4 259 217 susmentionnés décrivent une relation entre le point de trouble du mélange non ionique/cationique, la température de lavage et le pouvoir nettoyant, on a maintenant découvert que c'est la relation existant entre le point de trouble du composé non ionique seul (ou du composé non ionique et de tous électrolytes présents dans l'eau de lavage) et la température de lavage qui détermine l'action assouplissante des assouplissants du type composé d'ammonium quaternaire cationique insoluble dans l'eau. Contrairement à la nécessité de la présente invention consistant à utiliser des composés non ioniques à température élevée de point de trouble (c'est-à-dire supérieure à environ 60°C, en particulier supérieure à environ 90°C, mieux encore supérieure à environ 100°C), les brevets précités préfèrent des surfactifs non ioniques ayant des points de trouble relativement bas. Par conséquent, les surfactifs non ioniques utilisés dans la composition décrite dans ces brevets sont des alcools gras éthoxylés avec un maximum de 12 moles d'oxyde d'éthylène, de préférence un maximum de 9 moles d'oxyde d'éthylène, et ayant un équilibre hydrophile-lipophile (HLB) compris entre environ 5 et 17, de préférence entre environ 6 et 15.

Par conséquent, il était totalement inattendu que le pouvoir assouplissant de l'assouplissant cationique puisse être très amélioré sans diminution du pouvoir nettoyant du surfactif non ionique en utilisant des surfactifs non ioniques qui comprennent les alcools gras supérieurs éthoxylés avec au moins 15 moles d'oxyde d'éthylène et qui ont un point de trouble supérieur à la température de lavage.

C'est sur la base de cette découverte que la



présente invention a été mise au point.

Par conséquent, la présente invention a pour but d'améliorer le pouvoir assouplissant de compositions déter-
gentes contenant des agents assouplissants du type composé
5 d'ammonium quaternaire et des composés détergents non io-
niques sans affecter nuisiblement dans une mesure impor-
tante le pouvoir nettoyant global.

Ces buts de l'invention ainsi que d'autres qui
ressortiront de la description qui va suivre sont atteints
10 en disposant d'une composition détergente de blanchissage
capable de laver des tissus salis dans un liquide aqueux
de lavage, à une température élevée au moins égale à envi-
ron 60°C et pouvant atteindre la température d'ébullition
d'environ 100°C, qui comprend un agent surfactif non ioni-
15 que ayant un point de trouble supérieur à la température
élevée et un composé d'ammonium quaternaire insoluble dans
l'eau capable d'assouplir les tissus lavés. Dans la forme
préférée de réalisation, la composition détergente comprend
au moins un additif détergent supplémentaire choisi parmi
20 les adjuvants de détergence, les épaississants, les agents
anti-redéposition, les inhibiteurs de corrosion, les agents
de blanchiment, les enzymes, les colorants, les agents
d'azurage, les agents d'avivage optique, des parfums, etc.

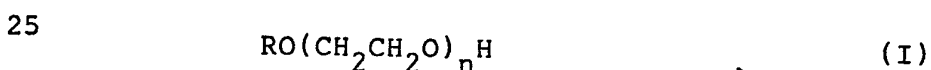
Les composés non ioniques envisagés ne sont li-
25 mités que par leur solubilité dans l'eau et par leur tem-
pérature de point de trouble. Commodément, ces critères
sont mutuellement compatibles, la forte teneur en oxyde
d'alkylène contribuant à la fois à la solubilité dans l'eau
et à la haute température du point de trouble.

30 Des agents tensio-actifs non ioniques appropriés
sont disponibles dans le commerce et proviennent de la con-
densation d'un oxyde d'alkylène ou d'un corps réactionnel
équivalent et d'un composé hydrophobe comportant de l'hy-
drogène réactif. Les composés organiques hydrophobes peu-

f

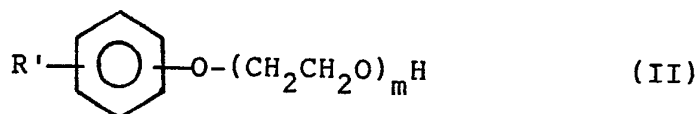
vent être aliphatiques, aromatiques ou hétérocycliques, bien qu'on préfère les deux premières classes. Les types préférés de composés hydrophobes sont les alcools aliphatiques supérieurs et les alkyl-phénols, bien qu'on puisse
 5 en utiliser d'autres tels que les acides carboxyliques, les carboxamides, les mercaptans, les sulfonamides, etc. Les produits de condensation d'oxyde d'éthylène et d'(alkyl supérieur)phénols ou d'alcools gras supérieurs représentent des classes préférées de composés non ioniques. En général,
 10 le motif hydrophobe doit contenir au moins environ 6 atomes de carbone, et de préférence au moins environ 8 atomes de carbone, et il peut contenir une quantité aussi grande que 50 atomes de carbone environ ou plus, une gamme préférée étant d'environ 8 à 22 atomes de carbone, mieux encore 10
 15 à 18 atomes de carbone pour les alcools aliphatiques, et 12 à 20 atomes de carbone pour les (alkyl supérieur)phénols. La quantité d'oxyde d'alkylène varie considérablement selon le composé hydrophobe, mais en règle générale, on utilisera au moins 15 moles d'oxyde d'alkylène par mole de composé
 20 hydrophobe jusqu'à environ 30 moles d'oxyde d'alkylène par mole de composé hydrophobe pour obtenir des températures de point de trouble d'au moins environ 60°C, ou plus.

Les surfactifs non ioniques préférés peuvent être représentés par la formule :



dans laquelle R est une chaîne alkylique primaire ou secondaire d'environ 8 à 22 atomes de carbone et n a une valeur moyenne de 15 à 30 ;

30 ou



dans laquelle R' est une chaîne alkylique primaire ou se-

f

conculaire de 4 à 12 atomes de carbone, et m a une valeur moyenne de 15 à 30.

Les alcools préférés à partir desquels les composés de formule I sont préparés comprennent les alcools laurylique, myristylique, cétylique, stéarylique et oléy-
 5 lique et leurs mélanges. Des valeurs particulièrement préférées pour R sont les radicaux alkyle en C_{10} à C_{18} , les radicaux alkyle en C_{12} à C_{15} et leurs mélanges étant particulièrement préférés.

10 Les valeurs préférées de R' sont des groupes alkyle en C_6 à C_{12} , les groupes en C_8 et C_9 , comprenant les groupes octyle, isooctyle et nonyle, étant particulièrement préférés.

Un exemple représentatif de composé non ionique
 15 de formule (I) est l'alcool laurylique condensé avec 15 moles d'oxyde d'éthylène. Un exemple représentatif de composé non ionique de formule II est l'isooctyl-phénol condensé avec 30 moles d'oxyde d'éthylène.

D'autres composés non ioniques que l'on peut uti-
 20 liser comprennent les esters polyoxyalkyléniques des acides organiques tels que les acides gras supérieurs, les acides de colophane, les acides de tallöl, les acides provenant des produits de l'oxydation du pétrole, etc. Ces esters contiennent habituellement environ 10 à environ 22 atomes
 25 de carbone dans le fragment acide et environ 15 à environ 30 moles d'oxyde d'éthylène ou de son équivalent.

D'autres surfactifs non ioniques encore sont les produits de condensation d'oxyde d'alkylène avec les amides d'acides gras supérieurs. Le groupe acide gras con-
 30 tient généralement environ 8 à environ 22 atomes de carbone et est condensé avec environ 15 à environ 50 moles d'oxyde d'éthylène à titre d'exemple préféré. On peut également utiliser les carboxamides et sulfonamides correspondants à titre d'équivalents appropriés.

4

La quantité du composé non ionique peut généralement être toute quantité qui, lorsqu'elle est ajoutée à l'eau de lavage, assure un pouvoir nettoyant convenable. En général, des quantités comprises entre environ 6 et environ 30 %, de préférence entre environ 7 et environ 20 %, et mieux encore entre environ 14 et 16 % en poids de la composition, peuvent être utilisées.

Les compositions de la présente invention sont principalement destinées à être utilisées avec des machines à laver de blanchissage domestiques et industrielles qui fonctionnent à des températures de lavage élevées, en particulier à des températures de l'eau supérieures à environ 60°C, de préférence supérieures à 80°C, et mieux encore à l'ébullition, c'est-à-dire à 100°C, ou plus. Naturellement, cependant, ces compositions, bien qu'étant particulièrement efficaces lorsqu'elles sont utilisées à ces températures élevées de lavage, peuvent également exercer leur meilleur pouvoir assouplissant à des températures inférieures, comprises entre moins de 60°C et environ 20°C ou moins.

Lorsque les compositions sont formulées pour être utilisées à des températures de lavage comprises dans un large intervalle, par exemple entre 20 et 60°C, ainsi qu'à des températures supérieures pour présenter leur maximum d'utilité pour une large gamme de tissus comprenant les fibres naturelles et synthétiques délicates, ainsi que des tissus plus insensibles à la température tels que du coton, etc, le surfactif non ionique peut être choisi pour avoir une température de point de trouble qui dépasse la température de l'eau de lavage d'au moins environ 20°C, par exemple une température de point de trouble du surfactif non ionique comprise entre 80 et 90°C. Cependant, lorsque la formulation est destinée à être utilisée principalement à des températures élevées de lavage de 60°C ou plus, comme c'est généralement le cas en Europe ainsi que lorsqu'on



l'utilise dans des machines à laver industrielles, le surfactif non ionique pourra alors avoir des points de trouble sensiblement supérieurs, par exemple atteignant environ 50°C au-dessus de la température de lavage. Ainsi, pour une
5 température de lavage de 60°C, le surfactif non ionique doit avoir un point de trouble d'au moins environ 65°C, de préférence d'au moins environ 70°C et pouvant atteindre environ 90°C, de préférence dans l'intervalle d'environ 70 à 85°C. Pour des températures de l'eau de lavage de 100°C,
10 le point de trouble du surfactif non ionique est choisi dans l'intervalle d'environ 105 à environ 150°C, de préférence de 105 à 120°C.

Telle qu'on l'utilise ici, l'expression "point de trouble" désigne la température à laquelle un graphique
15 qui porte l'intensité de diffusion de la lumière de la composition en fonction de la température de la solution commence à augmenter brusquement à sa valeur maximale dans les conditions expérimentales suivantes :

L'intensité de diffusion de la lumière est mesurée en utilisant un photogoniodiffusomètre modèle VM-12397,
20 fabriqué par la Société Française d'Instruments de Contrôle et d'Analyses, France (l'appareil étant désigné ci-après par SOFICA). La cellule à échantillon de SOFICA et son couvercle sont lavés à l'acétone chaude et laissés à sécher.
25 Le mélange de surfactifs est préparé et amené en solution avec de l'eau distillée à une concentration de 1000 ppm. Un échantillon d'environ 15 ml de la solution est placé dans la cellule à échantillon en utilisant une seringue munie d'un filtre nucléopore de 0,2 μm . L'aiguille de la
30 seringue traverse le couvercle de la cellule à échantillon de manière que l'intérieur de la cellule ne soit pas exposé à la poussière atmosphérique. L'échantillon est laissé dans un bain à température variable et le bain et l'échantillon sont tous deux soumis à une agitation constante. Le bain

N

est maintenu à température par chauffage en utilisant l'appareil de chauffage de SOFICA et il est refroidi par addition de glace (la vitesse de chauffage = $1^{\circ}\text{C}/\text{minute}$) ; la température de l'échantillon est déterminée par la température du bain. L'intensité de diffusion de la lumière (angle de 90°) de l'échantillon est ensuite déterminée à
5 diverses températures, en utilisant un filtre vert et pas de polariseur dans le SOFICA.

Dans la présente invention, les mesures du point
10 de trouble sont effectuées pour les deux solutions du surfactif non ionique (à 1 % en poids) dans l'eau distillée et dans de l'eau contenant NaCl à 10 %, bien que ce dernier cas dépasse généralement de loin la quantité de sels et électrolytes rencontrés en réalité couramment. Par consé-
15 quent, si le point de trouble du surfactif non ionique mesuré dans une solution à 10 % de NaCl satisfait les conditions du point de trouble de la présente invention, il n'y a alors pas de problème pour la formulation de compositions contenant des concentrations très élevées en sels
20 adjuvants de détergence et autres électrolytes, par exemple jusqu'à environ 85 % de la composition.

A cet égard, on sait que la température du point de trouble pour une composition donnée dans la solution de lavage dépend des propriétés physiques et chimiques (par
25 exemple CMC et la solubilité) des composants cationiques, non ioniques et autres compris dans cette composition, et pourra être abaissée en augmentant la longueur des chaînes alkyls du composé tensio-actif non ionique, en diminuant le degré d'éthoxylation du composant non ionique, ou
30 en ajoutant des électrolytes tels que des phosphates, polyphosphates, perborates, carbonates, sulfates, etc, en particulier en quantités relativement faibles (par exemple entre environ 1 et environ 15 % d'une composition donnée).

Du fait que dans la présente invention, on uti-



lise des composés assouplissants cationiques insolubles dans l'eau, les composés cationiques n'auront sensiblement aucun effet quel qu'il soit sur le point de trouble de la composition totale. En fait, du fait que les composés cationiques assouplissants utilisés dans la présente invention sont insolubles dans l'eau, la température du point de trouble de la formulation totale est très difficile à mesurer étant donné que les mélanges sont naturellement assez troubles. En conséquence, le point de trouble du surfactif non ionique avec ou sans addition d'électrolytes est déterminé en l'absence du composé cationique et ceci assure une mesure suffisamment précise du point de trouble de la composition totale comprenant le composé cationique.

Pour des températures de lavage comprises entre environ 60 et 70°C, tous les surfactifs non ioniques décrits ci-dessus, en particulier ceux de formules I et II, fournissent des points de trouble supérieurs à la température de lavage.

Cependant, pour des températures de lavage supérieures, de 71 à 100°C, en particulier de 80 à 100°C, il est nécessaire d'utiliser les surfactifs plus fortement éthoxylés, par exemple 25 à 30 moles d'oxyde d'éthylène par mole de composé hydrophobe. Pour ces températures de lavage plus élevées, les surfactifs non ioniques préférés sont les alkyl-phénols en C₈-C₉ éthoxylés avec 25 à 30 moles, en particulier 28 à 30 moles, et mieux encore environ 30 moles, d'oxyde d'éthylène.

En variante, et comme décrit plus en détail ci-après, on a maintenant découvert que pour l'un quelconque des composés non ioniques, le point de trouble peut être élevé d'une valeur aussi élevée qu'environ 40°C, en général d'environ 5 à 20°C en ajoutant à la composition un composé tensio-actif amphotère, par exemple un composé amphotère du type (alkyl gras supérieur)(par exemple coprah)-imida-



zoline carboxyéthylé, généralement en une proportion d'environ 0,5 à 30 %, de préférence 1 à 20 %, et mieux encore d'environ 1 à 10 % en poids de la composition.

Par conséquent, dans une forme de réalisation
5 préférée de l'invention, qui est particulièrement utile pour le lavage de tissus salis, dans une eau de lavage à une température élevée dans l'intervalle d'environ 80 à 100°C, la composition détergente comprend, en plus du surfactif non ionique de formule I ou de formule II et du composé d'ammonium quaternaire insoluble dans l'eau de formule
10 III ou de formule IV, un surfactif amphotère en une quantité suffisante pour élever le point de trouble de la composition à une valeur supérieure à la température de 80 à 100°C.

15 Le second ingrédient essentiel des formulations de la présente invention est l'assouplissant cationique des tissus. En général, les assouplissants cationiques pour tissus consistent en au moins un groupe fonctionnel hydrophile portant une charge négative et en un groupe hydrophobe contenant un atome d'ammonium quaternaire qui est
20 chargé positivement.

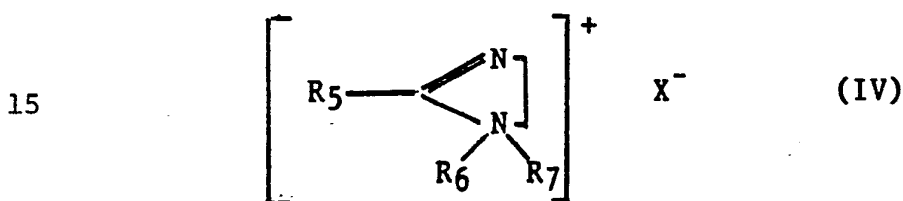
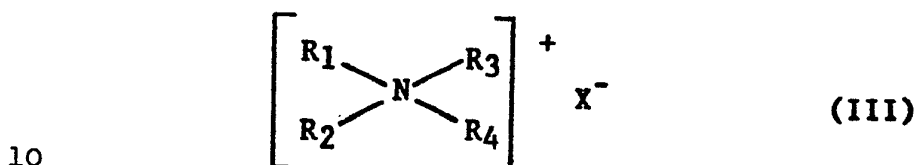
Afin de conférer une souplesse suffisante aux tissus traités, il est essentiel que le composé cationique soit insoluble dans l'eau. Tel qu'on l'utilise ici, un composé est considéré comme insoluble dans l'eau si sa solubilité dans l'eau à la température de lavage est inférieure
25 à environ 1 %, de préférence inférieure à environ 0,5 %.

Il est généralement souhaitable que le composé assouplissant cationique soit inclus dans la composition
30 sous une forme assurant une grande dispersabilité dans le liquide de lavage et par conséquent une fixation maximale au tissu traité. On peut parvenir à cet effet en utilisant des dimensions de particules dispersées dans le liquide de lavage comprises entre environ <10 et environ 50 micro-



mètres, de préférence entre environ <10 et environ 20 micromètres pour le composé assouplissant cationique.

Des assouplissants de tissus du type composé d'ammonium quaternaire insoluble dans l'eau appropriés qui sont connus dans le commerce peuvent être représentés par la formule suivante :



20 où R_1 et R_2 , et R_5 et R_6 représentent chacun, indépendamment, un radical aliphatique à longue chaîne de 16 à 22 atomes de carbone, R_3 et R_4 , et R_7 représentent, indépendamment, des radicaux alkyle inférieur, ou bien R_6 peut être le groupe $-R_9NH\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}R_8$ où R_8 est un radical aliphatique

25 à longue chaîne ayant 16 à 22 atomes de carbone, et R_9 est un groupe alkylène divalent de 1 à 3 atomes de carbone, et X est un anion formant un sel hydrosoluble, par exemple un halogénure, c'est-à-dire chlorure, bromure, iodure ; un
30 sulfate, acétate, hydroxyde, méthosulfate, éthosulfate ou un radical mono- ou dibasique minéral ou organique similaire de solubilisation. La chaîne carbonée du radical aliphatique contenant 16 à 22 atomes de carbone, en particulier 16 à 20 atomes de carbone, peut être droite ou rami-

fiée, saturée ou insaturée. Les radicaux alkyle inférieur comportent 1 à 4 atomes de carbone et peuvent contenir un radical hydroxy. De préférence, les chaînes carbonées sont obtenues à partir d'acides gras à longue chaîne tels que
 5 ceux dérivant de suif et d'huile de soja. Les termes "di-soja" et "di-suif", etc, tels qu'on les utilise ici, se réfèrent à la source dont proviennent les chaînes d'alkyle gras à longue chaîne. On peut également utiliser, si on le désire, des mélanges de ce qui précède, ainsi que d'autres
 10 agents tensio-actifs du type ammonium quaternaire insolubles dans l'eau. Le sel d'ammonium préféré est un chlorure de dialkyldiméthyl-ammonium dans lequel le groupe alkyle est dérivé de suif hydrogéné ou d'acide stéarique, ou un chlorure de di(alkyl supérieur)imidazolinium. Des exemples
 15 particuliers d'agents assouplissants du type ammonium quaternaire de formule III, convenant pour être utilisés dans la composition de la présente invention comprennent les suivants : chlorure de di-suif hydrogéné-diméthylammonium, chlorure de diméthyl-distéarylammonium, bromure de diméthyl-
 20 stéaryl-cétyl-ammonium, chlorure de diméthyl-dicétyl-ammonium, chlorure de di-soja-diméthylammonium, les sulfates, méthosulfates, éthosulfates, bromures et hydroxydes correspondants, etc.

Des exemples d'agents assouplissants du type
 25 ammonium quaternaire de formule IV comprennent le chlorure de 1-méthyl-1,2-diheptadécyl-imidazolinium (bromure, méthosulfate), le chlorure de 1,2-dieicosylalkylamidoéthyl-1-méthyl-imidazolinium (bromure, méthosulfate, etc), le méthylsulfate de 2-hexadécyl-1-méthyl-1-[(2-dodécoylamido)éthyl]-
 30 imidazolinium, le méthylsulfate de 2-heptadécyl-1-méthyl-1-[(2-stéaroylamido)éthyl]imidazolinium, le chlorure de 2-nonadécyl/henécicosyl-1-[(2-eicosoyl/docosoylimido)éthyl]-imidazolinium.

Le chlorure de diméthyl-distéaryl-ammonium est

particulièrement préféré en raison de son pouvoir assouplissant supérieur, de sa biodégradabilité, de sa faible solubilité dans l'eau, de sa disponibilité et de son coût.

La quantité d'assouplissant cationique pour tissus peut être généralement comprise entre environ 1 et environ 20 %, de préférence entre environ 4 et environ 16 %, et mieux encore entre environ 6 et 9 % par rapport au poids de la composition.

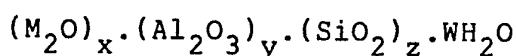
Le rapport en poids de l'agent tensio-actif non ionique à l'assouplissant cationique pour tissus peut être compris entre environ 1:1 et 5:1, de préférence entre environ 1,5:1 et 4,5:1.

Les compositions détergentes de la présente invention sont de préférence fournies sous forme de poudres s'écoulant librement mais elles peuvent également être sous forme liquide.

La composition détergente de l'invention peut également comprendre, et en général elle comprend, des sels adjuvants de détergence hydrosolubles. Des sels adjuvants de détergence alcalins minéraux hydrosolubles que l'on peut utiliser seuls avec le composé détergent ou en mélange avec d'autres adjuvants de détergence sont les carbonates, borates, phosphates, polyphosphates, bicarbonates et silicates de métaux alcalins. (On peut également utiliser les sels d'ammonium et d'ammonium substitué). Des exemples particuliers de tels sels sont le tripolyphosphate de sodium, le carbonate de sodium, le tétraborate de sodium, le pyrophosphate de sodium, le pyrophosphate de potassium, le bicarbonate de sodium, le tripolyphosphate de potassium, l'hexamétaphosphate de sodium, les sesquicarbonates de sodium, les mono- et di-orthophosphates de sodium et le bicarbonate de potassium. Les silicates de métaux alcalins sont des sels adjuvants de détergence utiles qui servent également à rendre la composition anti-corrosive pour les

pièces de la machine à laver. On préfère les silicates de sodium ayant des rapports $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ de 1,6/1 à 1/3,2, en particulier d'environ 1/2 à 1/2,8. On peut également utiliser des silicates de potassium dans les mêmes rapports.

5 Une autre classe d'adjuvants de détergence utile ici sont les aluminosilicates insolubles dans l'eau, aussi bien du type cristallin qu'amorphe. Diverses zéolites cristallines (c'est-à-dire des alumino-silicates) sont décrites dans le brevet britannique N° 1 504 168, le brevet des
10 E.U.A. 4 409 136 et les brevets canadiens N° 1 072 835 et 1 087 477 qui sont tous cités ici à titre de référence. Un exemple de zéolites amorphes utiles ici peut se trouver dans le brevet belge N° 835 351, ce brevet étant également incorporé ici à titre de référence. Les zéolites ont généralement la formule :



dans laquelle x est égal à 1, y est compris entre 0,8 et 1,2, et de préférence est égal à 1, z est compris entre
20 1,5 et 3,5 ou plus, et de préférence entre 2 et 3, et W est compris entre 0 et 9, de préférence entre 2,5 et 6, et M est de préférence le sodium. Une zéolite représentative est du type A ou de structure analogue, le type 4A étant particulièrement préféré. Les alumino-silicates préférés
25 ont des pouvoirs d'échange de l'ion calcium d'environ 200 milliéquivalents par gramme ou plus, par exemple 400.

D'autres matières telles que des argiles, en particulier des types insolubles dans l'eau, peuvent être des additifs utiles dans les compositions de la présente
30 invention. La bentonite est particulièrement intéressante. Cette matière est principalement la montmorillonite qui est un silicate d'aluminium hydraté dans lequel environ 1/6 des atomes d'aluminium peut être remplacé par des atomes de magnésium et avec laquelle diverses quantités d'hy-

h

drogène, de sodium, de potassium, de calcium, etc, peuvent être faiblement combinées. La bentonite sous sa forme plus purifiée (c'est-à-dire exempte de grès, sable, etc) convenant pour les détergents contient invariablement au moins

5 50 % de montmorillonite et ainsi son pouvoir d'échange de cations est d'au moins environ 50 à 75 milliéquivalents par 100 g de bentonite. Une bentonite particulièrement préférée est constituée par les bentonites de Wyoming ou

10 désignations Thixo-jels 1, 2, 3 et 4 par Georgia Kaolin Co. Ces bentonites sont connues pour assouplir les matières textiles comme décrit dans les brevets britanniques N° 401 413 et N° 461 221.

Des exemples de sels adjuvants de détergence

15 séquestrants alcalins organiques que l'on peut utiliser seuls avec le détergent ou en mélange avec d'autres adjuvants de détergence organiques et minéraux sont les amino-polycarboxylates de métaux alcalins, d'ammonium ou d'ammonium substitué, par exemple les éthylène-diaminetétraacétates de sodium et de potassium, les nitrilotriacétates de

20 sodium et de potassium et les N-(2-hydroxyéthyl)-nitrilodiacétates de triéthanolammonium. Les sels mixtes de ces polycarboxylates conviennent également.

D'autres adjuvants de détergence appropriés du

25 type organique comprennent les succinates tartronates et glycollates de carboxyméthyle. Les polyacétal-carboxylates sont d'un intérêt particulier. Les polyacétal-carboxylates et leur utilisation dans les compositions détergentes sont décrits dans les brevets des E.U.A. N° 4 144 226 ; N°

30 4 315 092 et N° 4 146 495. D'autres brevets concernant des adjuvants de détergence analogues comprennent les N° 4 141 676 ; N° 4 169 934 ; N° 4 201 858 ; N° 4 204 852 ; N° 4 224 420 ; N° 4 225 685 ; N° 4 226 960 ; N° 4 233 422 ; N° 4 233 423 ; N° 4 302 564 et N° 4 303 777. Les demandes



de brevet européen N° 0015024 ; N° 0021491 et N° 0063399 sont également pertinentes.

Divers autres additifs ou adjuvants pour détergents peuvent être présents dans le produit détergent pour lui conférer d'autres propriétés désirées, de nature fonctionnelle ou esthétique. Ainsi, on peut incorporer dans la formulation des quantités mineures d'agents de mise en suspension ou d'anti-redéposition des salissures, par exemple l'alcool polyvinylique, des amides gras, le sel de sodium de la carboxyméthylcellulose, l'hydroxypropyl-méthylcellulose ; des agents d'avivage optique, par exemple des agents d'avivage du coton, des polyamides et polyesters, par exemple stilbène, triazole et benzidine-sulfone, en particulier du triazinyl-stilbène sulfoné substitué, du naphtotriazole-stilbène sulfoné, de la benzidine-sulfone, etc, les combinaisons de stilbène et de triazole étant préférées.

On peut également utiliser des agents d'azurage tels que le bleu outremer ; des enzymes, de préférence des enzymes protéolytiques, comme la subtilisine, la broméline, la papaïne, la trypsine et la pepsine, ainsi que des enzymes du type amylase ; des bactéricides, par exemple le tétrachlorosalicylanilide, l'hexachlorophène ; des fongicides ; des colorants solubles ; des pigments (dispersables dans l'eau) ; des conservateurs ; des absorbeurs des ultraviolets ; des agents anti-jaunissement tels que le sel de sodium de la carboxyméthylcellulose, un complexe d'alcool alkylique en C_{12} à C_{22} avec un alkylsulfate en C_{12} à C_{18} ; des modificateurs du pH et des tampons de pH ; des agents de blanchiment préservant les couleurs, des parfums, et des agents antimousse ou des supprimeurs de mousse, par exemple des composés du silicium.

Les agents de blanchiment sont classés en gros, par commodité, par agents de blanchiment chlorés et agents



de blanchiment oxygénés. Les agents de blanchiment chlorés sont représentés à titre d'exemples par l'hypochlorite de sodium (NaOCl), le dichloroisocyanurate de potassium (59 % de chlore disponible) et l'acide trichloroisocyanurique (85 % de chlore disponible). Les agents de blanchiment oxygénés sont représentés par les perborates de sodium et de potassium et le monopersulfate de potassium. On préfère les agents de blanchiment oxygénés. Les stabilisants et/ou activateurs des agents de blanchiment tels que par exemple la tétraacétyléthylène-diamine peuvent également être inclus.

Les proportions des composants qui peuvent être présents dans les compositions totales préférées, en pourcentage en poids (de substances actives) sur la base du poids total du produit final sont les suivantes : détergent non ionique - environ 5 % à environ 30 %, de préférence environ 7 % à environ 20 %, en particulier 14 % à 16 % ; sel d'ammonium quaternaire - environ 1 % à environ 20 %, de préférence environ 4 % à environ 16 %, mieux encore environ 6 % à 9 % ; sels adjuvants de détergence de métal alcalin - environ 20 % à environ 85 %, et de préférence environ 35 % à environ 80 %, et en particulier, de préférence, environ 60 à 75 %, le reste consistant en additifs pour détergents, charges inertes et humidité. Des gammes appropriées des additifs pour détergents sont : enzymes - 0 à 2 %, en particulier 0,7 à 1,3 % ; inhibiteurs de corrosion - environ 0 à 40 % ; et de préférence 5 à 30 % ; agents antimousse et suppresseurs de mousse - 0 à 15 %, de préférence 0 à 5 %, par exemple 0,1 à 3 % ; agents de mise en suspension ou anti-redéposition des salissures et agents anti-jaunissement - 0 à 10 %, de préférence 0,5 à 5 % ; colorants, parfums, agents d'avivage et agents d'azurage totalisant 0 % à environ 2 %, et de préférence 0 % à environ 1 % ; modificateurs du pH et tampons de pH - 0 à 5 %, de préférence 0 à 2 % ; agent de blanchiment - 0 % à environ 40 %, 

et de préférence 0 % à environ 25 %, par exemple 2 à 20 % ; stabilisants et activateurs des agents de blanchiment - 0 à environ 15 %, de préférence 0 à 10 %, par exemple 0,1 à 8 %. En ce qui concerne le choix des adjuvants, on les choisira de façon qu'ils soient compatibles avec les constituants principaux de la composition détergente.

Bien que les composés non ioniques de point de trouble élevé soient de préférence les seuls composés détergents tensio-actifs utilisés dans les compositions de la présente invention, de faibles quantités d'autres composés tensio-actifs, y compris d'autres composés non ioniques, anioniques, amphotères et zwitterioniques peuvent également être utilisés, de préférence en des proportions atteignant 20 % en poids, en particulier 10 % en poids, et mieux encore 5 % en poids.

Des exemples d'autres composés non ioniques comprennent tous ceux mentionnés ci-dessus mais qui comportent, par exemple, moins de 15 moles d'oxyde d'alkylène par mole de composé hydrophobe, par exemple 5 à 12 moles d'oxyde d'éthylène par mole de composé hydrophobe.

Des exemples de détergents anioniques appropriés comprennent les sels hydrosolubles, par exemple les sels de sodium, potassium, d'ammonium et d'alkylolammonium d'acides gras supérieurs contenant environ 8 à 20 atomes de carbone, de préférence 10 à 18 atomes de carbone.

Des acides gras appropriés peuvent être obtenus à partir d'huiles et cires d'origine animale ou végétale, par exemple le suif, la graisse, l'huile de coprah, le tallöl et leurs mélanges. Sont particulièrement utiles les sels de sodium et de potassium des mélanges d'acides gras dérivant d'huile de coprah et de suif, par exemple le savon sodique de coprah et le savon potassique de suif.

La classe anionique des détergents comprend également les détergents synthétiques sulfatés et sulfonés

hydrosolubles ayant un radical alkyle de 8 à 26, et de préférence d'environ 12 à 22 atomes de carbone, dans leur structure moléculaire. (Le terme alkyle comprend la portion alkyle des radicaux acyle supérieur).

5 Des exemples des détergents anioniques sulfonés sont les (alkyl supérieur)sulfonates aromatiques monocycliques tels que les (alkyl supérieur)benzène-sulfonates contenant 10 à 16 atomes de carbone dans le groupe alkyle en chaîne droite ou ramifiée, par exemple les sels de sodium, potassium et ammonium d'(alkyl supérieur)benzène-
10 sulfonates, d'(alkyl supérieur)toluène-sulfonates, d'(alkyl supérieur)phénol-sulfonates, et de naphthalène-sulfonate supérieur. Un sulfonate préféré est un (alkyl linéaire)benzène-sulfonate ayant une teneur élevée en isomères
15 3 (ou plus) phényle et une faible teneur correspondante (bien inférieure à 50 %) en isomères 2 (ou moins) phényle c'est-à-dire dans lesquels le noyau benzénique est de préférence relié en grande partie à la position 3 ou une position supérieure (par exemple 4, 5, 6 ou 7) du groupe
20 alkyle et la teneur en isomères dans lesquels le noyau benzénique est relié à la position 2 ou 1 est faible de façon correspondante. Des matières particulièrement préférées sont indiquées dans le brevet des E.U.A. N° 3 320 174.

25 D'autres détergents anioniques appropriés sont les oléfine-sulfonates, y compris les alcène-sulfonates à longue chaîne, les hydroxyalcane-sulfonates à longue chaîne ou des mélanges d'alcène-sulfonates et d'hydroxyalcane-sulfonates. Ces oléfine-sulfonates détergents peuvent être
30 préparés de manière connue par la réaction de SO_3 avec des oléfines à longue chaîne contenant 8 à 25, de préférence 12 à 21 atomes de carbone et ayant la formule RCH-CHR_1 dans laquelle R est un groupe alkyle supérieur de 6 à 23 atomes de carbone et R_1 est un groupe alkyle de 1 à 17

atomes de carbone ou de l'hydrogène pour former un mélange de sultones et d'acides alcène-sulfoniques qui est ensuite traité pour transformer les sultones en sulfonates. D'autres exemples de sulfates ou sulfonates détergents sont

5 les paraffine-sulfonates contenant environ 10 à 20, de préférence environ 15 à 20 atomes de carbone, par exemple les paraffine-sulfonates primaires préparés en faisant réagir les alpha-oléfinés et bisulfites à longue chaîne et des paraffine-sulfonates dans lesquels les groupes

10 sulfonate sont distribués le long de la chaîne paraffinique comme décrit dans les brevets des E.U.A. 2 503 280 ; N° 2 507 088 ; N° 3 260 741 ; N° 3 372 188 et le brevet allemand 735 096 ; les sulfates de sodium et de potassium d'alcools supérieurs contenant 8 à 18 atomes de carbone,

15 par exemple le laurylsulfate de sodium et le suif-alcool-sulfate de sodium ; les sels de sodium et de potassium d'esters d'acides gras alpha-sulfonés contenant environ 10 à 20 atomes de carbone dans le groupe acyle, par exemple l'alpha-sulfomyristate de méthyle et l'alpha-sulfo(radical

20 dérivé de suif) de méthyle, les sulfates d'ammonium de mono- ou diglycérides d'acides gras supérieurs en $C_{10}-C_{18}$, par exemple le monosulfate de monoglycéride stéarique ; les sels de sodium et d'alkylolammonium d'alkyl-polyéthénoxy-éther-sulfates produits par la condensation de 1 à 5

25 moles d'oxyde d'éthylène avec une mole d'alcool supérieur (C_8-C_{18}) ; des (alkyl supérieur en $C_{10}-C_{18}$) glycéryl-éther-sulfonates de sodium ; et des alkylphénol-polyéthénoxy-éther-sulfates de sodium ou de potassium avec environ 1 à 6 groupes oxyéthylène par molécule et où les radicaux

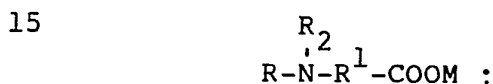
30 alkyle contiennent environ 8 à environ 12 atomes de carbone.

Les détergents anioniques appropriés comprennent également les (acyl en C_8-C_{18}) sarcosinates (par exemple le lauroylsarcosinate de sodium), les sels de sodium et de



potassium du produit réactionnel d'acides gras supérieurs contenant 8 à 18 atomes de carbone dans la molécule estérifiés avec de l'acide iséthionique, et les sels de sodium et de potassium des (acyl en C_8-C_{18})-N-méthyl-aurides, par exemple le cocoyl-méthyl-aurate de sodium et le stéaroyl-méthyl-aurate de potassium.

Les surfactifs amphotères sont connus dans le commerce et ils comprennent les dérivés d'amines aliphatiques qui contiennent une longue chaîne d'environ 8 à 20 atomes de carbone et un groupe anionique de solubilisation dans l'eau, par exemple un groupe carboxy, sulfo, sulfato, etc. Parmi ceux-ci, se trouvent les acides N-(alkyl à longue chaîne)-aminocarboxyliques, par exemple ayant la formule :



les acides alkyl-iminodicarboxyliques à longue chaîne azotée (par exemple de formule $RN(R^1COOM)_2$) où R est un groupe alkyle à longue chaîne, R^1 est un radical divalent reliant les portions amino et carboxyle d'un amino-acide (par exemple un radical alkylène de 1 à 4 atomes de carbone); M est l'hydrogène ou un métal formant un sel, R^2 est un atome d'hydrogène ou un autre substituant monovalent (par exemple méthyle ou autre alkyle inférieur). Des exemples de détergents particuliers sont l'acide N-alkyl-bêta-amino-propionique ; l'acide N-alkyl-bêta-iminodipropionique et la N-alkyl, N,N-diméthyl-glycine ; le groupe alkyle peut par exemple dériver d'alcool gras de coprah, d'alcool laurylique, d'alcool myristylique (ou d'un mélange laurylique-myristylique), d'alcool de suif hydrogéné, d'alcool cétylique, stéarylique ou de mélanges de tels alcools. Les acides amino-propioniques et iminodipropioniques substitués sont souvent fournis sous la forme de sel de sodium ou autre sel qui peut également être utilisé dans la mise en

oeuvre de la présente invention. Des surfactifs amphotères particuliers sont le 3-dodécylaminopropionate de sodium et le 3-dodécylaminopropanesulfonate de sodium.

La demanderesse a également découvert que les
5 surfactifs amphotères, lorsqu'ils sont incorporés dans la formulation avec le surfactif non ionique et l'agent assouplissant cationique insoluble dans l'eau, servent à élever le point de trouble d'une valeur aussi élevée qu'environ 5 à 40°C, selon le surfactif non ionique, amphotère et le
10 rapport des deux surfactifs. Par conséquent, en particulier lorsque la composition détergente doit être utilisée dans de l'eau de lavage à des températures élevées supérieures, par exemple à des températures de 80 à 100°C, l'addition d'un surfactif amphotère est souvent préférable, et dans
15 certains cas, par exemple, à une charge particulièrement élevée d'électrolytes, peut être même nécessaire pour maintenir un point de trouble supérieur à la température de lavage.

On a en outre découvert que le mélange de surfac-
20 tifs non ioniques/amphotères possède un pouvoir de nettoyage étonnamment amélioré comparativement à un poids égal du surfactif non ionique seul. Par exemple, en utilisant une (alkyl gras supérieur)imidazoline carboxyéthylée comme surfactif amphotère, environ 50 à 90 % du composé non
25 ionique peuvent être remplacés par environ 10 à 40 % seulement du surfactif amphotère pour obtenir un assouplissement égal ou supérieur (selon la température de lavage) et un pouvoir nettoyant égal ou supérieur.

La quantité de détergent amphotère peut varier
30 largement en fonction de la nature particulière et de l'utilisation finale de la formulation, ainsi que de la nature et des quantités des autres ingrédients particuliers, en particulier le surfactif non ionique. Cependant, en général, on peut utiliser environ 0,5 à 30 %, de préférence 2



à 20 % en poids de la formulation totale.

En outre, comme indiqué ci-dessus, étant donné que le composé amphotère peut agir par voie de synergie avec le composé non ionique en ce qui concerne le pouvoir de nettoyage, la quantité totale de composé non ionique et de composé amphotère dans la formule du détergent peut être fortement réduite, par exemple à 1 à 20 %, en particulier 5 à 10 % de la composition. Le rapport du surfactif non ionique au surfactif amphotère n'est pas particulièrement fondamental, mais pour un poids donné de surfactif non ionique, le point de trouble augmentera à mesure que la quantité de surfactif amphotère augmente. En général, des rapports du surfactif non ionique au surfactif amphotère d'environ 1:4 à 6:1, de préférence de 1:2 à 5:1, mieux encore de 1:2 à 4:1 donneront un pouvoir nettoyant ainsi qu'un pouvoir assouplissant améliorés (lorsqu'il est nécessaire d'augmenter le point de trouble du surfactif non ionique au-dessus de la température de lavage). En outre, dans ces gammes de quantités et de rapports ci-dessus, le mélange de surfactifs mixtes non ionique/amphotère sera totalement compatible avec le composé assouplissant qu'est l'ammonium quaternaire cationique.

En plus des matières dites actives de ces compositions, d'autres constituants importants sont le ou les sels de charge inerte et l'humidité. Un sel de charge favorise l'amélioration des propriétés mécaniques du produit, en améliorant en général la vitesse d'écoulement et en combattant la tendance à l'adhérence. Il peut également favoriser une dissolution rapide du produit dans l'eau de lavage. Parmi les sels de charge utiles, le meilleur est le sulfate de sodium, de préférence à l'état anhydre. Cependant, d'autres charges, comprenant le chlorure de sodium, l'acétate de sodium et les sels de métaux alcalins de ces acides, peuvent également être utilisés, comme



peuvent l'être des amidons, des talcs, des silices et diverses autres charges qui assurent une fonction de support. La proportion de charge ou du mélange de charges se situera entre 5 et 50 %, de préférence entre 10 et 30 %, et mieux encore elle sera d'environ 20 %, en particulier lorsque le sulfate de sodium anhydre est le sel de charge. Les pourcentages d'humidité varieront normalement entre 1 et 15 %, de préférence entre 5 et 12 %, et mieux encore ils seront d'environ 8 %. Lorsque ces proportions sont utilisées, on obtient un produit granulaire ou pulvérulent en particules s'écoulant convenablement et qui, par réglage de la dimension particulaire et de la teneur en humidité, peut être empêché d'être trop poudreux.

Quelle que soit la forme du détergent de blanchissage, son utilisation dans le procédé de lavage est essentiellement la même. La composition particulaire est normalement ajoutée à l'eau de lavage dans une machine à laver automatique de sorte que sa concentration dans l'eau de lavage puisse être comprise entre environ 0,05 et 1,5 %, généralement entre 0,1 et 1,2 %. L'eau à laquelle il est ajouté est de préférence de dureté moyenne ou faible, par exemple d'une dureté équivalant à 30 à 120 parties par million sous forme de carbonate de calcium, mais on peut également utiliser des eaux plus douces et plus dures. La température de l'eau peut être de 20°C à 100°C et elle est de préférence de 60 à 100°C au cas où la matière textile ou le linge est capable de résister aux températures élevées sans détérioration ni atténuation de la teinte. Lorsqu'on désire opérer un blanchissage à basse température, la température peut être maintenue à 20-40°C et l'on peut obtenir dans ces conditions un nettoyage et un assouplissement corrects, bien que le produit puisse ne pas être aussi propre que lorsqu'il est lavé à de plus hautes températures. Aux concentrations des compositions détergentes mentionnées,



le pH de l'eau de lavage est habituellement de 7 à 11, de préférence de 8 à 10. A de tels pH, la composition est efficace en tant que détergent, n'est pas trop dure pour la matière à laver ni pour la peau du corps humain et elle nettoie et assouplit efficacement. Le rapport en poids du linge à l'eau de lavage est généralement d'environ 1:4 à 1:30 ou de 1:10 à 1:30.

Les compositions de la présente invention fournissent un pouvoir assouplissant nettement amélioré, à des températures de lavage d'au moins 60°C, en comparaison, par exemple, de formulations identiques, à la différence que le surfactif non ionique a un point de trouble inférieur à 60°C, par exemple un alcool gras supérieur de C_{12} - C_{15} à chaîne droite avec 7 à 13 motifs d'oxyde d'éthylène. Cet effet ne peut pas être prévu d'après l'art antérieur, car il n'y a pas de corrélation connue entre le point de trouble du surfactif non ionique et le pouvoir assouplissant.

Les valeurs du point de trouble (°C) des divers surfactifs non ioniques à des concentrations de 1 % en poids sont mesurées dans de l'eau distillée et dans NaCl à 10 %.

<u>Surfactif non ionique</u>	<u>Eau distillée</u>	<u>NaCl à 10 %</u>
Alcool gras en C_{12} - C_{15} /EO 7:1	43 ± 2	<25
Alcool gras en C_{12} - C_{15} /EO 11:1	85 ± 2	59 ± 2
25 Alcool gras en C_{11} - C_{15} /EO 15:1	>100	>60
Isooctylphénol/EO 30:1	>100	>60
Nonylphénol/EO 20:1	>100	72
Nonylphénol/EO 15:1	91	70
Nonylphénol/EO 8:1	45	>30

Un exemple de formulation d'une composition de détergent-assouplissant en poudre selon l'invention est donné ci-après, toutes les parties et tous les pourcentages étant exprimés sur base pondérale :



Composition A

	Isooctylphénol/EO 30:1 (70 % de substances actives)	21,6
	Métasilicate de sodium	8,0
5	Tripolyphosphate de sodium	28,0
	Pyrophosphate de sodium.10H ₂ O	24,0
	Orthophosphate de sodium	0,5
	Nitrilotriacétate (NTA)	8,0
	Chlorure de diméthyl-distéarylammonium	
10	(93 % de substances actives)	8,0
	Additifs mineurs et divers (par exemple : parfum, agents d'avivage optique, humidité, etc)	le reste

Les tissus salis sont lavés à 60°C dans environ
15 20 litres d'eau d'une dureté correspondant à 0,12 g/litre
en utilisant environ 100 g de la composition A.

Les tissus lavés sont évalués quant à leur souplesse par un jury de 4 spécialistes sur des répliques multiples après un lavage cumulatif. A titre de comparaison,
20 une composition identique est préparée à la différence qu'à la place de l'isooctylphénol/EO/30:1 de la composition A, on utilise une quantité égale d'isooctylphénol/EO 8:1, un alcool gras en C₁₂-C₁₅/EO 11:1 ou un alcool gras en C₁₂-C₁₅/EO 7:1 et chacune de ces compositions est évaluée de la
25 même manière que pour la composition A. Chacune des compositions est notée sur une échelle de 1 à 10, la note "10" représentant la meilleure qualité et correspondant à la même composition détergente (sans assouplissant cationique) et un assouplissant ajouté au cycle de rinçage (chlorure
30 de diméthyl-distéarylammonium). Sur cette échelle, la composition A obtient une note de 5-6. Chacune des compositions comparatives reçoit la note de 2-3 seulement.

Lorsque l'isooctylphénol/EO 30:1 est remplacé par une quantité égale de nonylphénol/EO 15:1, de nonyl-

phénol/EO 20:1 ou d'alcool gras en $C_{12}-C_{15}/20:1$, on obtient également une note de 5-6.

On obtient des résultats également bons en remplaçant le chlorure de diméthyl-distéaryl-ammonium par du
5 chlorure de diméthyl-(disulf hydrogéné)ammonium, du chlorure de diéthyl-di-soja-ammonium, du chlorure de diméthyl-stéaryl-cétyl-ammonium ou du méthylsulfate de 2-hexadécyl-1-méthyl-1-[(2-dodécoyl-amido)éthyl]imidazolinium, et les bromure, sulfate, et hydroxyde correspondants.

10 Les procédés de fabrication des compositions décrites sont généralement bien connus dans la technique et l'on se réfère en particulier au brevet des E.U.A:
4 269 722 dans lequel des poudres non ioniques renforcées par des adjuvants de détergence sont produites à partir
15 de perles séchées par atomisation qui sont ensuite revêtues par atomisation de détergent non ionique (qui peut contenir d'autres additifs classiques mineurs tels que colorant, parfum, agent d'avivage, agent de blanchiment, etc). Ce brevet est cité ici à titre de référence.

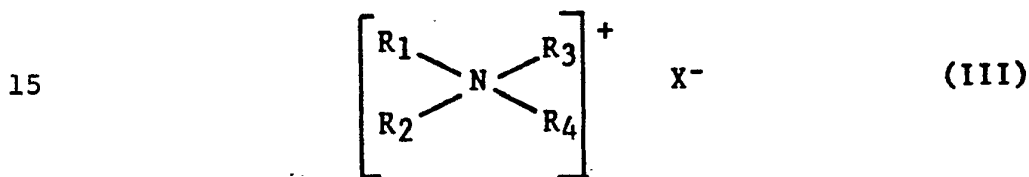


REVENDEICATIONS

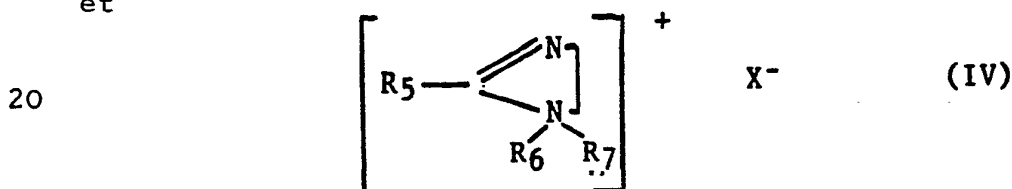
1. Composition détergente de blanchissage, capable de laver des tissus salis dans un liquide de lavage aqueux à une température élevée de lavage d'au moins environ 60°C, ladite composition comprenant

un agent tensio-actif non ionique hydrosoluble ayant un point de trouble supérieur à ladite température élevée, et

un composé d'ammonium quaternaire cationique insoluble dans l'eau capable de conférer de la souplesse au tissu lavé, et étant choisi parmi les composés représentés par les formules suivantes :



et



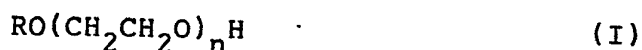
25 dans lesquelles R_1 et R_2 , et R_5 et R_6 représentent chacun, indépendamment, un radical aliphatique à longue chaîne en $C_{16}-C_{22}$, R_3 et R_4 et R_7 représentent chacun, indépendamment, des radicaux alkyle inférieur ; ou bien R_6 peut représenter le groupe $-R_9NHCR_8$ où R_8 est un radical aliphatique à lon-

30 $\overset{O}{\parallel}$
 gue chaîne ayant 16 à 22 atomes de carbone, et R_9 est un radical alkylène divalent de 1 à 3 atomes de carbone, et X est un anion formant un sel ;

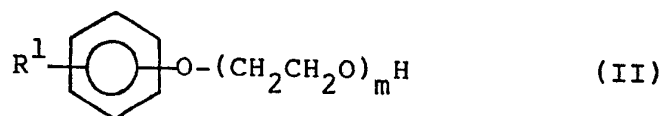
le rapport en poids de l'agent tensio-actif non

ionique au composé cationique étant compris entre 1:1 et 5:1.

2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle l'agent tensio-actif non ionique est au moins un composé choisi parmi les composés représentés par la formule suivante :



dans laquelle R est une chaîne alkylique primaire ou secondaire d'environ 8 à 22 atomes de carbone, et n a une valeur moyenne de 15 à 30 ; et



dans laquelle R^1 est une chaîne alkylique primaire ou secondaire de 4 à 12 atomes de carbone, et m a une valeur moyenne de 15 à 30.

3. Composition selon la revendication 2, dans laquelle R est un groupe alkyle de 12 à 15 atomes de carbone et R^1 est un groupe alkyle de 8 ou 9 atomes de carbone.

4. Composition selon la revendication 3, dans laquelle le composé cationique est le chlorure de diméthyl-distéaryl-ammonium.

5. Composition selon la revendication 1, dans laquelle le composé cationique est le chlorure de diméthyl-distéaryl-ammonium.

6. Composition selon la revendication 1, comprenant de plus au moins un additif pour détergent choisi parmi les sels minéraux adjuvants de détergence, les sels organiques adjuvants de détergence, les agents de mise en suspension des salissures, les agents anti-redéposition, les amides gras, les supprimeurs de mousse, les agents antimousse, les agents d'avivage optique, les colorants,

les pigments, les azurants, les agents anti-jaunissement, les enzymes, les inhibiteurs de corrosion, les modificateurs du pH, les tampons de pH, les bactéricides, les fongicides, les conservateurs, les agents de blanchiment, les stabilisants d'agents de blanchiment, les activateurs d'agents de blanchiment, les parfums et l'eau.

7. Composition selon la revendication 1, comprenant, sur la base pondérale des substances actives :

- (a) environ 5 à environ 30 % de l'agent surfactif non ionique ;
- (b) environ 1 à environ 20 % de l'agent assouplissant cationique ;
- (c) environ 20 à environ 85 % de sels adjuvants de détergence ;
- (d) 0 à environ 40 % d'inhibiteurs de corrosion ;
- (e) 0 à environ 40 % d'agents de blanchiment et d'activateurs de blanchiment,
- (f) 0 à environ 10 % d'agents de mise en suspension ou anti-redéposition des salissures ;
- (g) 0 à environ 10 % d'agents anti-jaunissement ;
- (h) 0 à environ 2 % de chacun d'au moins l'un des additifs que sont les agents d'avivage optique, colorants, azurants, bactéricides, fongicides et enzymes ;
- (i) 0 à environ 15 % d'agents antimousse ou sup-
presseurs de mousse ;
- (j) 0 à environ 5 % de chacun des additifs que sont les modificateurs de pH et les tampons de pH ;
- (k) le reste étant de l'eau.

8. Composition selon la revendication 4, comprenant, sur une base pondérale des substances actives :

- (a) environ 7 à 20 % dudit agent surfactif non ionique ;
- (b) environ 4 à 16 % dudit composé cationique ;
- (c) environ 35 à 70 % de sels adjuvants de dé-

tergence choisis parmi les phosphates, polyphosphates, nitrilotriacétates et silicates de métaux alcalins, et leurs mélanges, et

(d) le reste consistant en additifs pour détergents, charges inertes et humidité.

9. Composition selon la revendication 8, comprenant :

(a) environ 14 à 16 % ;

(b) environ 6 à 9 % ;

(c) environ 60 à 75 % ; et

(d) le reste ;

dans laquelle (c) est constitué de façon prédominante de tripolyphosphate de sodium et d'orthophosphate de sodium.

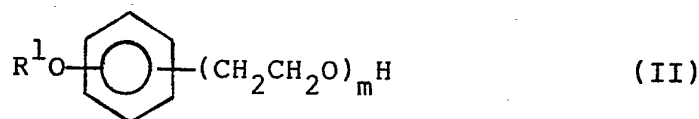
10. Procédé de nettoyage et d'assouplissement des tissus salis dans une eau de lavage à une température d'au moins environ 60°C, caractérisé en ce qu'il consiste à laver les tissus dans une solution aqueuse de la composition selon la revendication 1.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la température de l'eau de lavage est d'environ 100°C et en ce que l'agent tensio-actif non ionique est un alkylphénol en C₈-C₉ condensé avec environ 25 à 30 moles d'oxyde d'éthylène.

12. Composition détergente pour le lavage de tissus salis dans un liquide aqueux de lavage à une température élevée comprise entre 80 et 100°C, ladite composition comprenant :

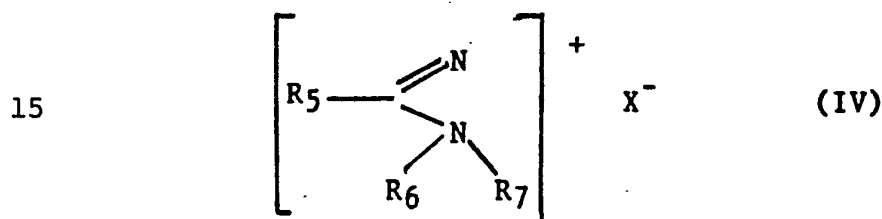
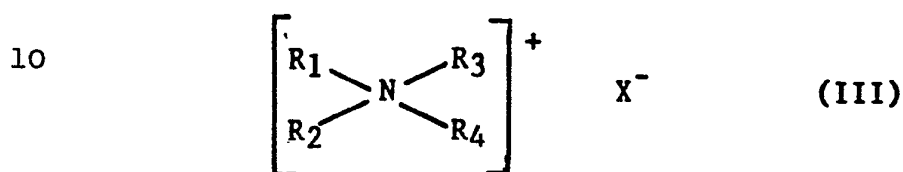
(a) au moins un composé surfactif non ionique hydrosoluble de formule I ou II :

30



dans lesquelles R est une chaîne alkylique primaire ou secondaire d'environ 8 à 22 atomes de carbone, R^1 est une chaîne alkylique primaire ou secondaire d'environ 7 à 12 atomes de carbone, et n et m sont chacun égaux en moyenne 5 à 15-30 ;

(b) au moins un composé d'ammonium quaternaire cationique insoluble dans l'eau de formules III ou IV



20

dans lesquelles R_1 et R_2 , et R_5 et R_6 représentent chacun indépendamment des radicaux aliphatiques à longue chaîne en C_{16} à C_{22} , R_3 et R_4 et R_7 représentent chacun des radicaux alkyle inférieur, ou bien R_6 peut être le groupe
25 $-R_9 \text{ NHCR}_8$ où R_8 est un radical aliphatique à longue chaîne
O

de 16 à 22 atomes de carbone, et R_9 est un radical alkylène divalent de 1 à 3 atomes de carbone, et X est un anion
30 formant un sel ; et

(c) au moins un surfactif amphotère en une quantité telle que la composition ait un point de trouble supérieur à la température élevée.

ferwils

N° 258

Société dite : COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

Composition de détergent-assouplissant
pour cycle de lavage

ABREGE DU CONTENU TECHNIQUE DE L'INVENTION

L'invention concerne des compositions de détergent-assouplissant pour cycle de lavage.

Le pouvoir assouplissant d'une composition de détergent-assouplissant comprenant un surfactif non ionique et un assouplissant cationique du type ammonium quaternaire est amélioré, en particulier à des températures de lavage d'au moins environ 60°C en utilisant un surfactif non ionique fortement éthoxylé ayant un point de trouble supérieur à la température élevée de lavage. Les surfactifs non ioniques préférés sont les alcools gras en C_{12} à C_{14} et les alkylphénols en C_8 - C_9 éthoxylés avec 15 à 30 moles d'oxyde d'éthylène. Le point de trouble de la composition peut être élevé par incorporation d'un surfactif amphotère.

(figure néant).

