



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

(21) **PI 0713996-9 A2**

(22) Data de Depósito: 03/07/2007
(43) Data da Publicação: 21/11/2012
(RPI 2185)



(51) *Int.Cl.:*
C11D 1/62
C11D 3/43

(54) **Título:** COMPOSIÇÃO CONCENTRADA DE ESTERQUAT

(30) **Prioridade Unionista:** 06/07/2006 EP 060139979

(73) **Titular(es):** Clariant (Brazil) S.A

(72) **Inventor(es):** Cláudia Barge, Denise Aparecida Acacio, George Italo Pitombeira Nunes, Gustavo Kume, Manlio Gallotti, Natanael de Almeida, Patricia Ramos P. de Moraes

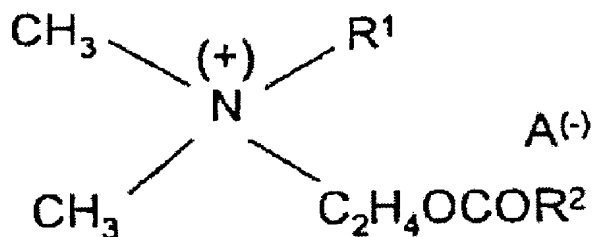
(74) **Procurador(es):** Dannemann ,Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2007005861 de 03/07/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2008/003454de 10/01/2008

(57) **Resumo:** COMPOSIÇÃO CONCENTRADA DE ESTERQUAT.

A presente invenção refere-se a uma composição concentrada de esterquat, que é especialmente adequada para processo em baixa temperatura para produção de uma formulação de amaciante líquido, estável, homogêneo e viscoso. Esta composição concentrada de esterquat consiste em cerca de 50 95% em peso de um composto esterquat de fórmula em que R1 é -C2H4OH ou -C2H4OCOR2 é C11-C21-alquila ou alquenile e A é um ânion, como metilsulfato, brometo, iodeto e, preferivelmente, cloreto, o referido esterquat sendo preparado por esterificação de metildietanolamina com ácidos graxos e subsequente quaternização com, preferivelmente, metilcloreto, os ácidos graxos contendo pelo menos 50% em peso de ácido graxo C18 saturado formado um produto final contendo pelo menos 50% em mol de diesterquat e pelo menos 10% em mol de monoesterquat e tendo um valor de ácido de menos de 0,120 meq/g de material ativo esterquat, o resto sendo água e um solvente orgânico.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÃO CONCENTRADA DE ESTERQUAT**".

Descrição

5 A presente invenção refere-se a uma pré-mistura concentrada de composição de esterquat de dimetildietanolamina usada para produção de amaciantes de tecido em temperaturas mais baixas quando comparadas com processo convencional.

10 A dispersão de compostos catiônicos, principalmente aqueles adequados para a aplicação em amaciantes de tecido, é uma tarefa difícil de ser realizada em temperaturas mais baixas, devido à solubilidade / dispersibilidade deficientes destas matérias-primas em água fria.

A presente invenção descreve uma nova opção para trabalhar com esterquats na produção de amaciantes de tecido, basicamente consistindo em uma composição altamente concentrada de esterquat dispersível em água a temperaturas abaixo de 60°C.

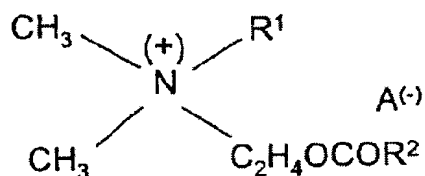
15 Uma vantagem interessante provém da dispersão em temperaturas mais baixas. Em alguns países, consumidores ainda relacionam a qualidade de um produto à sua viscosidade. Para eles, quanto mais alta a viscosidade melhor é o produto. Entretanto, esterquats usualmente apresentam problemas referentes a produção de amaciantes viscosos, obrigando o uso de espessantes para obtenção de uma alta viscosidade no produto final. A dispersão em temperaturas mais baixas permite uma redução significativa ou mesmo a remoção dos espessantes da formulação.

20 Muitas patentes reivindicaram o uso de esterquats de dimetildietanolamina para formulações de amaciante de tecido. A Patente WO 01/42412 reivindica o uso de um composto amaciante tendo uma temperatura de transição de menos de 30°C para prover um conforto satisfatório no uso. Esterquats insaturados de dimetildietanolamina apresentam uma temperatura de transição inferior a 30°C, mas quando saturados, o que é preferido na composição da presente patente, eles apresentam uma temperatura de transição acima dessa. Na patente WO 01/34743, esterquats de dimetildietanolamina são citados entre os compostos quaternários de amônio prefe-

ridos. Entretanto, é também reivindicada a obrigatoriedade do uso de agentes quelantes de metal. A patente WO 99/27046 cita esterquat de dimetildietanolamina como um possível composto catiônico para composições de amaciamento de tecido adicionadas ao enxágue, incluindo composições líquidas claras ou translúcidas, mas é obrigatório associá-la com um agente tensoativo de polioxialquilenos alquil amida. Uma composição concentrada de esterquat com água e solvente é divulgada em um pedido de patente JP 10 251 972. No entanto, nesta patente é também reivindicado o uso obrigatório de sais de metais alcalinos ou alcalino-terrosos que são incluídos na presente invenção como ingredientes opcionais.

Foi agora verificado que podem ser feitas composições concentradas de esterquat de dimetildietanolamina que, ao serem diluídas, proporcionam uma maior viscosidade.

A invenção fornece composições concentradas de esterquat contendo de cerca de 50 a 95 % em peso mais preferivelmente de 60 a 85 % em peso, ainda mais preferivelmente de 65 a 80 % em peso de um composto esterquat de fórmula



em que R^1 é $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$ ou $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOR}^2$, R^2 é C_{11} - C_{21} alquila ou alquenila e A é um ânion, como metilsulfato, brometo, iodeto e, preferivelmente, cloreto, o referido esterquat sendo preparado por esterificação de metildietanolamina com ácidos graxos e subsequente quaternização, com preferivelmente metilcloreto, os ácidos graxos contendo pelo menos 50 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado, compreendendo um produto final contendo pelo menos 50 % em mol de diesterquat e pelo menos 10 % em mol de monoesterquat e o material ativo esterquat tendo um valor de ácido inferior a 0,120 meq/g, o resto sendo água e um solvente orgânico.

A composição concentrada descrita neste escopo pode ser ar-

mazenada em temperatura adequada por um período de tempo antes da preparação da formulação final do amaciante ou pode ser formulada *in-situ*, um pouco antes da preparação da formulação final do amaciante. Para obter formulações viscosas, verifica-se que há alguns parâmetros que são importantes para otimizar o aumento de viscosidade. Como pode ser visto nos exemplos, o valor de ácido da matéria-prima deve ser inferior a 0,12 meq/g do material ativo esterquat, do contrário a viscosidade da formulação final será significativamente menor.

O grupo $-COR^2$ é preferivelmente derivado de ácidos graxos de ocorrência natural como ácido caprônico, ácido caprílico, ácido caprílico, ácido láurico, ácido miristílico, ácido palmítico, ácido isoesteárico, ácido esteárico, ácido oléico, ácido eluidínico, ácido araquínico, ácido beênico e ácido erúico. Ácidos preferidos contendo o grupo $-COR^2$ são ácidos graxos de coco C_{12}/C_{18} , ácido graxo de sebo, ácido graxo de sebo total ou parcialmente hidrogenado, ácido graxo de palma, ácido graxo de palma total ou parcialmente hidrogenado ou ácido esteárico.

Estes esterquats são preparados por métodos conhecidos em si, por exemplo por esterificação de metil-dietanolamina com um ácido graxo de fórmula R^2COOH e subsequente quaternização com, preferivelmente, metilcloreto ou dimetilsulfato ou qualquer outro agente de quaternização que introduza um grupo metila. Os ácidos graxos usados devem ser de um tipo tal que contenha pelo menos 50 % em peso de ácido graxo saturado C_{18} . Preferivelmente o ácido graxo é derivado de ácido graxo vegetal e/ou animal e contém pelo menos 50 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado, mais preferivelmente de 52 a 90 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado e ainda mais preferivelmente de 55 a 85 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado. A razão molar na esterificação entre metildietanolamina e ácido graxo deve ser tal que a razão de pelo menos 50 % em mol diesterquat e pelo menos 10 % em mol monoesterquat seja mantida.

30 Solvente orgânico

Em princípio, solventes orgânicos adequados são alcoóis mono- ou poliídricos. Preferência é dada ao uso de alcoóis tendo de 1 a 4 átomos

de carbono, como metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol de cadeia reta e ramificada, glicerol e misturas dos referidos alcoóis. Outros solventes preferidos são polietileno glicóis tendo uma massa molecular relativa inferior a 2000. A composição reivindicada pode conter estes solventes orgânicos em um montante de 5 a 20% em peso da composição total.

Água

Água é usualmente utilizada como carga na formulação. No entanto, na presente invenção, sua presença no concentrado é essencial para a dispersibilidade em temperaturas mais baixas. Na composição reivindicada, água se encontra presente em uma quantidade de 1 to 20% em peso da composição total, preferivelmente de 5,1 % a 20 % em peso da composição total.

Dependendo do uso pretendido, as composições de acordo com a invenção incluem, além dos compostos mencionados, aditivos e auxiliares que são usuais e específicos em cada caso, como, por exemplo, estabilizantes, perfumes, colorantes, hidrótopos, antiespumantes, espessantes poliméricos ou outros, opacificantes, conservantes e agentes anticorrosivos.

Estabilizantes e / ou outros aditivos podem ser selecionados no grupo de compostos orgânicos e / ou inorgânicos específicos, preferivelmente eletrólitos e / ou derivados de aminas de cadeia curta. Um problema de composições aquosas contendo estes esterquats é que eles não são estáveis durante estocagem prolongada já que sofrem de hidrólise. Foi verificado que, além de sais de metais alcalinos e alcalino-terrosos, há também outros sais de metais capazes de evitar hidrólise de esterquats.

Para aumentar a estabilidade das composições aquosas de esterquat, um sal pode ser adicionado, como um sal de metal alcalino ou alcalino-terroso. Sais preferidos, no entanto, são sais de metais de transição, mais preferivelmente sais de zinco e alumínio como ZnSO_4 , ZnCl_2 , AlCl_3 ou $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Estes sais podem estar presentes em um montante preferivelmente de 0,002 a 10,0, preferivelmente 0,03 a 5,0, e ainda mais preferivelmente 0,04 a 3,0 % em peso.

As composições de acordo com a presente invenção podem ser

preparadas misturando os sais citados nos esterquats de dimetildietanolamina descritos nesta invenção nas formulações finais de amaciante. O sal pode ser adicionado a qualquer momento durante o processo de preparação do amaciante tanto em forma sólida quanto em solução aquosa. São recomendados aquecimento e agitação para preparação das composições reivindicadas.

Para tornar mais fácil a preparação da invenção descrita, uma pré-mistura concentrada contendo a mesma razão molar e / ou mássica entre os esterquats e os aditivos pode ser preparada para ser diluída até 45 vezes. Outros ingredientes como solvente, água ou qualquer ingrediente que poderia fazer parte da formulação final podem ser adicionados.

As composições de acordo com a invenção podem ter a presença de sais de metais terras raras, sais metálicos de ácidos graxos, complexos metálicos de ftalocianina, sais metálicos de ftalocianina ou agentes quelantes. Outra opção para estabilizantes são aminas de cadeia curta, que podem ser selecionadas no grupo de aminas contendo pelo menos um grupo hidroxietila.

As composições de acordo com a presente invenção podem ser preparadas por fusão do composto esterquat e adição do solvente orgânico ao esterquat fundido. Água é, então, acrescentada à mistura de esterquat com o solvente orgânico, que foi previamente resfriada a aproximadamente 40 a 50°C.

Exemplos

Um exemplo do procedimento para obter uma formulação de amaciante de tecido estável, homogêneo e viscoso baseado em esterquat de metildietanolamina como descrito na reivindicação 1 da presente invenção é:

- I. Aquecimento de água a 45°C
- II. Adição da pré-dispersão de esterquat de dimetildietanolamina a 50°C
- III. Resfriamento sob agitação com aproximadamente 150 rpm por 30 minutos

IV. Resfriamento rápido sob agitação por 15 minutos

A formulação de amaciante de tecido preparada de acordo com o procedimento e com o esterquat de dimetildietanolamina descrito nesta invenção apresenta bons resultados de viscosidade, especialmente para
5 níveis reduzidos de material ativo como mostrado nas tabelas I e II. Além disso, a tabela I prova o efeito importante que o valor de ácido tem na viscosidade da formulação de amaciante de tecido. O valor de ácido, além do teor de C₁₈ saturado e distribuição de éster são parâmetros importantes descritos nesta invenção. Na tabela II é mostrada uma comparação com outros agen-
10 tes ativos amaciantes bem conhecidos como DSDMAC e esterquats de trietanolamina. Para o último, foi usada uma pré-dispersão de esterquat de trietanolamina como descrito na Patente EP1 584674. Esta pré-dispersão, como a preparada para o esterquat de dimetildietanolamina descrito nesta patente é usada para reduzir a temperatura de processo para aumentar os resulta-
15 dos de viscosidade.

Os resultados mostram que com o esterquat de dimetildietanolamina descrito nesta invenção uma formulação de amaciante viscoso é obtida, mesmo para amaciantes de tecido contendo 2 % am, e os resultados de viscosidade para os amaciantes de tecido são claramente melhores do que
20 para os amaciantes de tecido preparados através dos outros dois agentes ativos de amaciante citados. É importante notar que para uma formulação de amaciante baseada em um esterquat de trietanolamina disponível comercialmente obter os mesmos níveis de viscosidade da formulação de amaciante de tecido baseada no esterquat de dimetildietanolamina descrita nesta pa-
25 tente, uma quantidade grande de espessante seria necessária. Isto é, na verdade, uma característica dos esterquats de trietanolamina disponíveis comercialmente, isto é, baixos valores de viscosidade para amaciantes de tecido quando trabalhando com baixo teor de material ativo, mesmo usando pré-dispersão.

30 Na tabela III é clara a vantagem de trabalhar com a pré-dispersão concentrada de esterquat em comparação com o uso de uma composição de esterquat como tal. Como pode ser visto e é descrito nesta

invenção, quando se usa a pré-dispersão, além da redução na temperatura de processo, é clara a melhoria da viscosidade da formulação de amaciante.

Tabela I

	Esterquat 1 de Dimetildietanol- amina	Esterquat 2 de Dimetildietanol- amina	Esterquat 3 de Dimetildietanol- amina
Teor de C ₁₈ saturado (%)	>50 %	>50 %	>50 %
Valor de ácido (meq/g de produto final)	0,132	0,031	0,031
Teor de diéster (% em mol)	>50 %	>50 %	>50 %
Teor de monoéster (% em mol)	>10 %	>10 %	>10 %
Amaciante de tecido com 2 % am			
Viscosidade (mPas)	20	1275	1730
Amaciante de tecido com 4 % am			
Viscosidade (mPas)	550	2790	2735

Tabela II

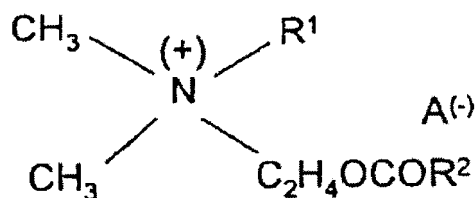
	Esterquat 2 de Dimetildietanol- amina	DSDMAC	Esterquat de trietanolamina
Amaciante de tecido com 2 % am			
Viscosidade	1275	35	20
Amaciante de tecido com 4 % am			
Viscosidade (mPas)	2790	2165	210

Tabela III

	Esterquat 4 de Dimetildietanol-amina como é	Esterquat 4 de Dimetildietanol-amina Pré-disperso
Temperatura de processo (água / am)	65/70	50/55
Amaciante de tecido com 2 % am		
Viscosidade (mPas)	40	1400

REIVINDICAÇÕES

1. Composição concentrada de esterquat especialmente adequada para processo em baixa temperatura para produção de uma formulação de amaciante líquido, estável, homogêneo e viscoso, compreendendo
5 essencialmente:
de cerca de 50 a 95 % em peso de um composto esterquat de fórmula



- em que R^1 é $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$ ou $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOR}^2$; R^2 é C_{11} - C_{21} -alquila ou alquenila e A é um ânion, como metilsulfato, brometo, iodeto e, preferivelmente, cloreto, o referido esterquat sendo preparado por esterificação de metildietanolamina
10 com ácidos graxos e subsequente quaternização com, preferivelmente, metilcloreto, os ácidos graxos contendo pelo menos 50 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado formando um produto final contendo pelo menos 50 % em mol de diesterquat e pelo menos 10 % em mol de monoesterquat e tendo um valor de ácido de menos de 0,120 meq/g de material ativo esterquat ,
15 o resto sendo água e um solvente orgânico.

2. Composição de acordo com a reivindicação 1, que contém de cerca de 5 a 20% de um álcool de baixo peso molecular selecionado no grupo de etanol, isopropanol e misturas dos mesmos como solvente orgânico e de cerca de 1 to 20% em peso de água.

- 20 3. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a quantidade total de esterquat é de 60 a 85 % em peso.

4. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a quantidade total de esterquat é de 65 a 80 % em peso.

5. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o $-\text{OCOR}^2$ é derivado de um ácido graxo contendo 52 a 90 % em peso de um ácido graxo C_{18} saturado.

6. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o grupo

-OCOR² é derivado de um ácido graxo contendo 55 a 85 % em peso de um ácido graxo C₁₈ saturado.

7. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o grupo -OCOR² é preferivelmente derivado de um ácido graxo totalmente hidrogenado em que a quantidade de ácido graxo C₁₈ saturado é com o definido nas reivindicações 5 e 6.

8. Composição concentrada de esterquat de acordo com a reivindicação 1, contendo opcionalmente ingredientes adicionais como estabilizantes e / ou outros aditivos selecionados no grupo de compostos orgânicos e/ou inorgânicos específicos, preferivelmente eletrólitos e / ou derivados de amina de cadeia curta.

9. Composição de acordo com as reivindicações 1 e 8, contendo ZnCl₂, AlCl₃, ZnSO₄ ou Al₂(SO₄)₃ como estabilizantes.

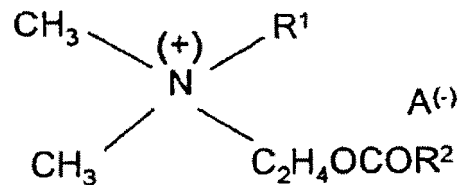
10. Composição de acordo com as reivindicações 1 e 8, contendo 0,002 a 10 % em peso de um estabilizante.

11. Composição de acordo com as reivindicações 1 e 8, contendo como estabilizante uma amina tendo pelo menos um grupo hidroxietila.

RESUMO

Patente de Invenção: "**COMPOSIÇÃO CONCENTRADA DE ESTERQUAT**".

A presente invenção refere-se a uma composição concentrada de esterquat, que é especialmente adequada para processo em baixa temperatura para produção de uma formulação de amaciante líquido, estável,
5 homogêneo e viscoso. Esta composição concentrada de esterquat consiste em cerca de 50 a 95 % em peso de um composto esterquat de fórmula



em que R^1 é $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$ ou $-\text{C}_2\text{H}_4\text{OCOR}^2$; R^2 é C_{11} - C_{21} -alquila ou alquenila e A é um ânion, como metilsulfato, brometo, iodeto e, preferivelmente, cloreto, o
10 referido esterquat sendo preparado por esterificação de metildietanolamina com ácidos graxos e subsequente quaternização com, preferivelmente, metilcloreto, os ácidos graxos contendo pelo menos 50 % em peso de ácido graxo C_{18} saturado formando um produto final contendo pelo menos 50 % em mol de diesterquat e pelo menos 10 % em mol de monoesterquat e tendo
15 um valor de ácido de menos de 0,120 meq/g de material ativo esterquat, o resto sendo água e um solvente orgânico.