



Modalidade e n.º (11)	T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
01-Nr. 100.298 Y		1992/03/25	
Requerente (71): THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, norte-americana, com sede em One Procter & Gamble Pl. Plaza, Cincinnati, Ohio 45202, ESTADOS UNIDOS DA AMÉRICA			
Inventores (72): Robert Ya Lin Pan, Sandra Louise Honsa, Eugene Paul Gosselink, todos residentes nos EUA			
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)
Data do pedido	País de Origem	N.º de pedido	
1991/03/28	US	07/676.682	
Epígrafe: (54) AGENTES LIBERTADORES DE SUJIDADE NÃO- -IÔNICOS			
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Os agentes libertadores de sujidade não-iônicos contendo unidades de oxi-etileno e oxi-isopropilenoxi são úteis em composições de lavandaria, especialmente em amaciadores de tecidos, líquidos, utilizados no enxaguamento, assim como em composições de detergentes. Assim, o produto da reacção de teraftalato de dimetilo $\text{CH}_3(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{16}\text{OH}$, polietileno glicol 1500, 1,2-propileno glicol e etileno glicol, preferivelmente como polímero/oligómero, no qual a razão de glicol de etileno incorporado: propileno glicol é cerca de 1,5 : 1, é adicionado a um amaciador de tecidos líquido com DIDMAC. Os tecidos enxaguados num banho contendo esta composição, são amaciados ao mesmo tempo que lhe é proporcionado um acabamento com libertação de sujidade.			

Ces JUN. 1992

" AGENTES LIBERTADORES DE SUJIDADE NÃO-IÔNICOS "

CAMPO TÉCNICO

Esta invenção refere-se a oligômeros não iônicos que funcionam como agentes libertadores de sujidade melhorados (a.l.s.), e que são úteis em composições de lavandaria, especialmente composições amaciadoras de tecidos e similares.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Um efeito de "libertação de sujidade" é produzido quando os tecidos especialmente tecidos contendo um componente de fibra sintética, são imersos numa lavagem aquosa ou banho de enxaguamento num local doméstico ou institucional em que o banho aquoso inclui vários agentes libertadores de sujidade de ésteres poliméricos ou oligoméricos (a.l.s.), tipicamente a níveis baixos, tal como, cinco para algumas dezenas de partes por milhão. O depósito de oligômeros ou polímeros na superfície dos tecidos, proporcionam também um acabamento libertados de sujidade. O efeito de libertação de sujidade é distinto do usual efeito de limpeza dos surfactantes e activadores detergentes de lavandaria, na medida em que um efeito de lavagens múltiplas é assegurado, por exemplo, os tecidos lavados repetidas vezes, tendem a ser progressivamente de mais fácil limpeza após dois, três ou quatro ciclos de "lavar e usar", e ser também assegurados alguns benefícios de antiredeposição de sujidade. A libertação de sujidade é especialmente marcada nos tecidos de poliéster mas são também assegurados bons resultados em misturas de poliéster/algodão. São também verificados benefícios de libertação de sujidade em nylons e acrílicos.

A libertação de sujidade num contexto de lavagens aquosas é muito diferente do acabamento industrial dos fios e fibras, engomadura de urdume e similares,

26 JUN 1992

1 nos termos dos moldes gerais das composições ALS que melhor
funcionam. Isto pode ser uma consequência de algumas dife-
5 renças substanciais nas condições de processamento. De
qualquer modo, ALS de lavandaria deste tipo são tipicamen-
te aplicados a tecidos em máquinas de lavar ou na presença
de surfactantes detergentes não interferentes ou, de prefe-
rência, na presença de agentes amaciadores de tecidos cati-
ônicos. Os ALS depositam-se somente numa extensão limitada
dos tecidos. Ao contrário, o acabamento industrial é, fre-
10 quentemente feito por equipamentos através de processos al-
tamente controláveis, tais como padders ?

Tipicamente, o textil é limpo, e a con-
centração de agentes de limpeza ou agentes amaciadores (se
15 houver) tende a ser baixa, pelo menos ao nível que é dese-
jado para a exaustão do tratamento de libertação de sujida-
de do substrato do textil.

É precisamente aqui que surgem diferen-
ças técnicas entre a lavandaria e o acabamento industrial,
20 assim, também existem diferenças consideráveis entre os
tipos de composição de lavandaria, tal como detergentes de
lavandaria, amaciadores de lavandaria, branqueadores de la-
vandaria e similares. Tais composições de lavandaria são
também preparadas em várias formas, tal como granular, lí-
25 quida, gel, pasta, e produtos adicionados a seco. Os formu-
ladores das artes de lavandaria estão intensamente atentos
que as várias formas de composições de lavandaria têm
constricções inerentes à formulação. Por exemplo, as compo-
sições formuladas sólidas necessitam de ingredientes geral-
mente capazes de se dispersarem ou dissolverem em banhos a-
30 quosos de lavandaria, enquanto que a fórmula líquida neces-
sita, geralmente, de ingredientes que sejam livremente mis-
cíveis sem uma interacção química ou física excessiva, tal
como, alterações de fase ou precipitação.

35 Particularmente, as composições de la-

12 JUN 1997

1 vandaria modernas estão agora a tornar-se disponíveis na
forma popular de "concentrado". Por exemplo, os amaciadores
de tecidos, líquidos, que têm sido comercializados agora,
5 contêm ingredientes amaciadores catiónicos a concentra-
ções na ordem do triplo que os amaciadores de tecidos anti-
gamente disponíveis. Deve entender-se que a formulação de
tais composições na forma estável em armazém e com varia-
ções de viscosidade razoáveis, pode ser difícil. As difi-
10 culdades de formulação e de execução são, com certeza, acen-
tuadas quando são feitas tentativas para incorporar ingre-
dientes funcionais, adicionais, tal como os ALS, nessas
composições.

Consequentemente, mantém-se um proces-
15 so contínuo para ALS eficaz, compatíveis e fáceis de fór-
mulas, para o uso nas composições de lavandaria.

A presente invenção proporciona ALS
não iónicos, eficazes, que são adequados para o uso nas
composições de lavandaria. A invenção proporciona também
20 ALS não iónicos que são particularmente úteis em combinação
com amaciadores de tecidos, catiónicos. Além do mais, mui-
tos dos ALS não aumentam excessivamente a viscosidade das
composições líquidas, de amaciadores de tecidos, mesmo
quando formuladas como amaciadores "concentrados".

25 TÉCNICAS ANTERIORES

A U.S. Patente 4.711.730 de Gosselink
and Diehl, de 8 de Dezembro de 1987, refere poliésteres
30 de 1,2-propileno teraftalato- de polioxietileno de terefta-
lato, revestidos, úteis como agentes libertadores de su-
jidade em detergente de lavandaria e composições de amaciado-
res de tecidos, incluindo concentrados.

Referências adicionais, no campo, como
35 as citadas em Gosselink and Diehl, incluem seguinte:

1

A. Poliésteres libertadores de sujidade de etileno de teraftalato/PEG teraftalato, utilizados em composições de detergentes de lavandaria

5

10

15

A U.S. Patente 4.116.885 de Dersadt et al., de 26 de Setembro de 1978, divulga composições de lavandaria, contendo de 0,15% a 25 % (preferivelmente de 0,5% a 10 %) de um poliéster libertador de sujidade de etileno de teraftalato/PEG teraftalato, tal como MILEASE T, tendo um peso molecular médio de 5.000 a 200.000 (preferivelmente de 10.000 a 50.000). Estas composições de detergentes contêm além disso, de 5 % a 95 % (preferivelmente de 10 % a 25 %) de surfactantes detergentes compatíveis com alcoolsulfato e alquiletoxi sulfato e não mais de 10 % de outros surfactantes aniônicos incompatíveis tal como os sulfatos lineares de alquilo benzeno.

20

25

30

A U.S. Patent 4.132.680 de Nicol, de 2 de Janeiro de 1979, divulga também composições detergentes de lavandaria com propriedades libertadoras de sujidade que contêm de 2 % a 95 % (preferivelmente de 10 % a 60%) de um surfactante detergente e 0,15 % a 25 % (preferivelmente de 1 % a 10 %) de um poliéster libertador de sujidade de etileno de teraftalato/PEG teraftalato (razão molecular de 65:35 a 80:20) com em peso molecular de 10.000 a 50.000 por exemplo, MILEASE T. Estas composições, compreendem, além disso, de 0,05 % a 15 % (preferivelmente de 0,1% a 5 %) de um componente que se desassocia em solução aquosa para dar catiões de amónio quaternário, tendo um a três grupos alquilo C_8-C_{24} . Estes catiões foram instruídos por Nicol para melhorar a deposição dos poliésteres libertadores de sujidade nos tecidos lavados. Ver coluna 11, linhas 14-21.

35

B. O uso de poliésteres em produtos aditivos de enxaguento para dar propriedades libertadoras de sujidade

A Canadian Patent 1.100.262 de Becker

25 JUN 1992

1 et al., de 5 de Maio de 1981, divulga composições amacia-
doras de tecidos contendo de 1 % a 80 % (preferivelmente
de 5 % a 50 %) de um agente amaciador de tecidos, tal como
5 cloreto de di-sebo-dimetil-amônio em combinação com 0,5 %
a 25 % (preferivelmente de 1 % a 10 %) de certos ésteres de
ácidos gordos de colina. Estas composições amaciadoras
incluem, preferivelmente, de 0,5 % a 10 % (preferivelmente,
de 1 % a 5 %) de um poliéster libertador de sujidade de
10 etileno de teraftalato/PEG teraftalato, tal como, PERMALOSE
ou ZELCON.

15 A U.S. Patent 3.893.929 de Basadur, de
8 de Julho de 1975, divulga soluções ácidas aditivas de en-
xaguamento contendo um agente libertador de sujidade feito
a partir de ácido carboxílico dibásico (preferivelmente á-
cido teraftálico), um polialquilenoglicol (preferivelmente
um PEG com um peso molecular de 1300 a 1.800) e um alqui-
lenoglicol (etileno, propileno ou butilenoglicol). Os a-
20 gentes libertadores de sujidade preferidos têm um peso mo-
lecular de 3.000 a 5.000. Os amaciadores de tecidos catiô-
nicos, tal como o cloreto de di-sebo-dimetil-amônio podem
ser incluídos nestas composições, mas são referidos como
não sendo os preferidos "já que tendem a retardar a depo-
sição do agente libertador de sujidade nas fibras do poli-
25 éster, a um pH ácido". Ver coluna 7, linhas 54-59.

30 A U.S. Patent 3.712.873 de Zenk, de 23
de janeiro de 1973, divulga composições de tratamento tex-
til aplicadas por pulverização ou encharcamento que compre-
endem de 1 % a 5 % de um poliéster libertador de sujidade,
do tipo publicado na patente de Basadur. Estas composições
podem conter, adicionalmente, mais de 4 % de um composto de
amônio quaternário com um grupo alquilo $C_{16}-C_{22}$. A combi-
nação deste composto de amônio quaternário com o poliéster
é descrito como melhoramento das características de liber-
35 tação de sujidade do tecido tratado. Zenk, declara também

1 que putros compostos de amônio quaternário, tal como cloreto de di-sebo-dimetil-amônio, não dar o mesmo nível de execução. Ver coluna 3, linhas 57-61.

5 C. Uso de poliésteres em produtos adicionados a seco para dar propriedades de libertação de sujidade

10 A U.S. Patent 4.238.531 de Rudy e al., de 9 de Dezembro de 1980, revela produtos adicionados a seco que contêm um "agente distribuidor" tal como o polietileno glicol e um adjuvante, aplicado ao tecido, que pode ser um agente libertador de sujidade. Os agentes libertadores de sujidade revelados incluem resinas poliacrílicas, polivinil álcool e poliésteres PERMALOSE TG (ver exemplo 8).

15 D. Uso de poliésteres em soluções de tratamento de tecidos ou têxteis, que são tratados por aquecimento para dar libertação de sujidade e/ou propriedades antiestáticas

20 A U.S. 3.512.920 Dunlap, de 9 de Maio de 1970, revela poliésteres do ácido teraftálico alquileno glicol de baixo peso molecular que são usados em banhos de tratamento com resina, contendo derivados de amido ou de celulose, para dar propriedades de libertagem de sujidade aos tecidos de algodão/poliéster, depois de tratados por aquecimento. Os alquilenoglicóis **que podem** ser utilizados para produzir esses poliésteres incluem o etileno glicol, 1,2-propileno glicol, 1,3-propileno glicol, butileno glicol e suas misturas. Os polialquilenoglicóis que podem ser utilizados incluem PEG, polibutileno glicol e suas misturas que têm um peso molecular médio de 200 a 20.000 (preferivelmente de 1.000 a 5.000).

1 A U.S. Patent 3.416.952 de McIntyre e
al., de 17 de Dezembro de 1968, revela agentes antiestá-
ticos, poliésteres que podem conter um grupo polimérico
5 solúvelna água, tal como um grupo polioxialquileno, tendo
um peso molecular médio de cerca de 300 a 6.000. Os grupos
polioxietilenos preferidos são os PEG, tendo um peso mole-
cular médio de 1.000 a 4.000. O tratamento é prosseguido
pela aplicação de uma dispersão aquosa do poliéster, na
10 presença de um antioxidante, seguido de um aquecimento até
uma temperatura superior a 90°C, para a obtenção de um re-
vestimento durável do poliéster no artigo tratado. O exem-
plo 6 revela um desses poliésteres formado pela reacção
catalizada de dimetilo teraftalato, etileno glicol e um
15 O-metil poli(oxietileno)glicol tendo um peso molecular mé-
dio de 350. Uma solução a 20 % deste poliéster em álcool
benzílico foi usado para dar propriedades antiestáticas
a um tecido de poliéster. O exemplo 7 revela uma solução
aquosa a 20 % de um poliéster similar utilizado para criar
20 propriedades antiestáticas a um tecido poliéster.

A U.S. Patente 4,427.557 de Stockbur-
ger, de 24 de Janeiro de 1984, revela copoliésteres de bai-
xo peso molecular (2.000 a 10.000) formados pela reacção de
etileno glicol, um PEG com um peso molecular médio de 200
25 a 1.000, um ácido dicarboxílico aromático (ex. dimetilo te-
raftalato) e um ácido dicarboxílico aromático sulfonatado
(ex. dimetilo 5-sulfoisofthalato). O PEG pode em parte
ser substituído pelos éteres-monoalquílicos do PEG tal
como éteres de metilo, etilo e butilo. Uma dispersão em
30 solução do copoliéster é aplicada ao material textil e
depois aquecida a temperaturas elevadas (90°C a 150°C) para
dar propriedades libertadoras de sujidade duradouras. Ver
também a Patente de McIntyre et al., onde o Exemplo 2 reve-
la um copoliéster irregular utilizado para dar propriedades
35 antiestáticas, que é formado reagindo dimetilo teraftalato

CEC JUN. 1998

1 sódio dimetilo sulfoisofthalato, etilenoglicol e um PEG com
um peso molecular médio de 1.540.

5 Além disto, há várias divulgações na
arte dos poliésteres, mais particularmente, dos seus oligo-
meros de baixo peso molecular, capazes de actuarem como a
2 S emprodutos de lavandaria. As divulgações precedentes
referem-se a materiais do tipo poliéster modificado, que
não são obrigatoriamente oligoméricos e que contêm segmen-
10 tos sem um acabamento de protecção particular. Derivam do
etilenoglicol/dimetilo teraftalato irregularmente interca-
lado com segmentos de poliéster derivados do polietileno-
glicol. Ver, por exemplo, U.S. Patent 3.962.152, de Nicol
et al., de 8 de Junho de 1976, U.S. Patent 4.116.885 de
15 Derstadt et al., de 7 de Setembro de 1978, Canadian Patent
1.100.262, de Becker et al., de 5 de Maio de 1981, U.S.
Patent 4.238.531 de Rudy et al., de 9 de Dezembro de 1990,
e British Patent Application 2.172.608 de Crossin, de 24
de Setembro de 1986.

20 Desenvolvimentos mais recentes no cam-
po dos ALS para aplicação de detergentes de lavandaria
incluem certos oligómeros ésteres com acabamento de protec-
ção como aqueles, genericamente divulgados nas patentes
dos Estados Unidos, de Gosselink; ver, por exemplo, U.S. Pa-
25 tent 4.702.857, de 27 de Outubro de 1987, U.S. Patent
4.721.580, de 26 de Janeiro de 1988 e U.S. Patent 4.877.896
de Maldonado, Trinh e Gosselink, de 31 de Outubro de 1989.

RESUMO DO INVENTO

30 A presente invenção abrange agentes
libertadores de sujidade, que compreendem o produto de es-
terificação oligomérico de uma reacção mista, que compre-
ende:

35

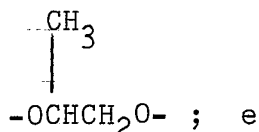
12 JUN 1992

(a) opcionalmente, mas preferivelmente, uma fonte de alcoxi-terminado C_1-C_4 (preferivelmente, metoxi-terminado), unidades de polietoxi $R^1-(OCH_2CH_2)_x-O-$ ou, opcionalmente, misturas das referidas unidades de polietoxi que incorporam pequenas quantidades das unidades de propoxi;

(b) uma parte de unidades de teraftalato ou, opcionalmente misturas de teraftalato e pequenas quantidades das unidades de isoftaloilo;

(c) uma parte de unidades poli(oxietileno)oxi $-(OCH_2CH_2)_y-O-$;

(d) uma parte de unidades de oxi-isopropilenoxi



(e) uma parte de unidades de oxi-etilenoxi $-OCH_2CH_2O-$; sendo ainda os referidos agentes libertadores de sujidade caracterizados como tendo uma razão molar de unidades de oxi-etilenoxi: unidades de oxi-isopropilenoxi de pelo menos cerca de 0,5 : 1;

Então, os agentes libertadores de sujidade, aqui mencionados, por exemplo, o produto de uma reacção de esterificação de uma reacção mista, compreendendo:

a) $CH_3(OCH_2CH_2)_{16}OH$;

b) teraftalato de dimetilo

c) polietilenoglicol 1.500 (E_{34})

23 JUN 1992

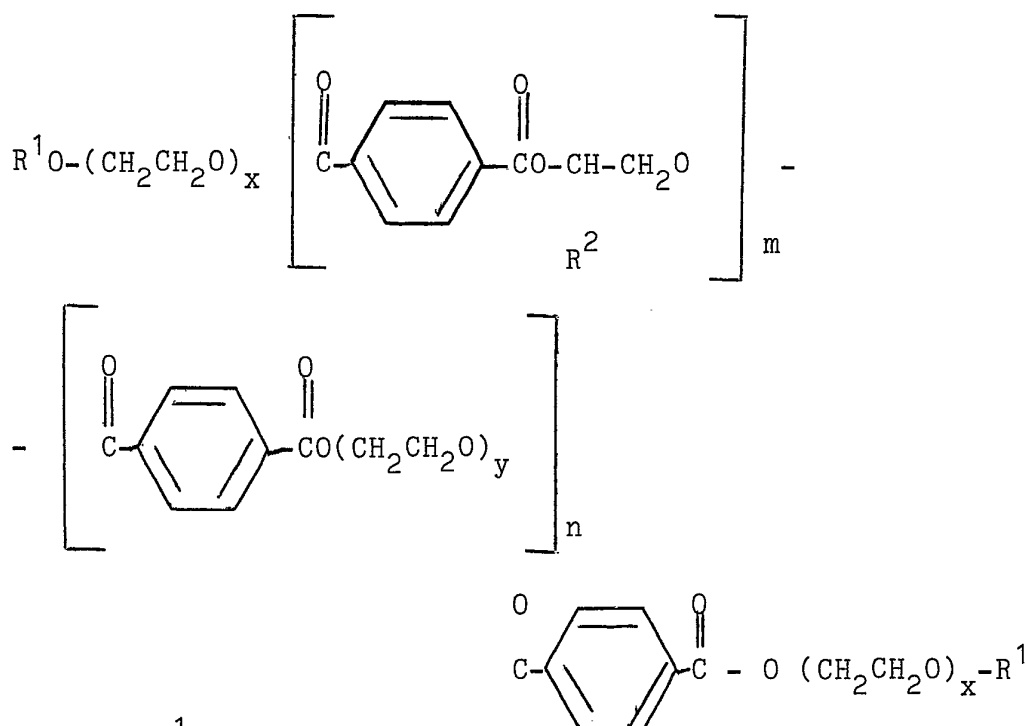
d) 1,2-propileno glicol; e

e) etileno glicol;

em que a razão molar das unidades de oxi-etilenoxi: unidades de oxi-isopropilenoxi é pelo menos cerca de 0,5 : 1, preferivelmente, pelo menos cerca de 1,25 : 1.

Tais agentes libertadores de sujidade diferem dos ALS divulgados por Gosselink e Diehl, U.S. Patent 4.711.730, acima citada, na medida que contêm unidades oxi-etilenoxi. Os ALS desta invenção, exibem inesperadamente uma melhor execução do que aqueles da patente 1730.

Não pretendendo ser limitado por considerações teóricas ou estruturais, crê-se que os ALS preferidos desta invenção são caracterizados pela fórmula geral:



em que R^1 é alquilo inferior (ex: C_1 - C_4), especialmente metilo; e R^2 é uma mistura de H e CH_3 (e: tanto as porções de etileno como de isopropileno estão presentes na estrutura molecular) para proporcionar uma razão molar

22 JUN 1997

de oxi-etilenoxi: oxi-isopropilenoxi de pelo menos cerca de 0,5 : 1, preferivelmente pelo menos cerca de 1,25 : 1.

Na fórmula representada, x, y, m e n são números inteiros dentro dos seguintes valores:

	<u>Geral</u>	<u>Preferível</u>	<u>Mais Preferível</u>
x	6-100	6-43	12-30
y	6-100	12-77	12-50
m	0,75-30	1,5-25	2,25-20
n	0,25-20	0,5-15	0,75-12
<u>m+n+1</u> *	1-5	1,2-4,5	1,5-4
n+1			

* Este termo indica o número médio de unidades de teraftalato adjacentes antes da interrupção pela unidade PEG.

Compreenda-se que a razão molar de unidades de oxi:etilenoxi: unidades de oxi-propilenoxi; pode variar para satisfazer as necessidades do formulador. Por exemplo, para o uso com amaciadores de tecidos, esta razão é preferivelmente pelo menos cerca de 0,75:1, mais preferivelmente pelo menos cerca de 1,25:1. Para o uso em detergentes líquidos, algumas dificuldades podem ocorrer nestas razões, então o formulador pode optar por seleccionar uma razão baixa, por exemplo, 0,5 :1.

A invenção abrange também composições de lavandaria tais como detergentes, amaciadores, aditivos de enxaguamento e similares, compreendendo pelo menos cerca de 0,1 %, preferivelmente cerca de 0,2 % a cerca de 10 % por peso dos ALS antecedentes.

64 JUN 1992

1 As composições amaciadoras de tecidos
preferidas compreendem tipicamente de cerca de 0,3 % a cer-
ca de 3 % por peso do ALS e de cerca de 3 % a cerca de 25%
5 por peso de um componente amaciador de tecidos.

Uma composição amaciadora de tecidos,
líquida, diluível e concentrada, compreende:

- 10 a) de cerca de 10 % a cerca de 32 % de peso de um
amaciador de tecidos catiónico;
- b) de cerca de 4 % a cerca de 20 % por peso de um
amaciador de tecidos de imidazolinio; e
- 15 c) de cerca de 1 % a cerca de 5 % de peso do ALS.

20 As composições detergentes de lavanda-
ria típicas aqui descritas, compreendem surfactantes deter-
sivos convencionais, activadores opcionais, transportadores
opcionais, e de cerca de 0,1 % a cerca de 10 % por peso do
ALS. Os detergentes de lavanderia preferidos compreendem
de cerca de 0,3 % a cerca de 3 % por peso do referido a-
gente libertador de sujidade e pelo menos cerca de 3 %, pre-
ferivelmente de cerca de 3 % a cerca de 20 % por peso de
um surfactante polihidroxiamida de ácido gordo especialmen-
25 te N-metilglucamida de ácido gordo $C_{12}-C_{18}$.

30 A invenção abrange também um método
para proporcionar um acabamento libertador de sujidade,
nos tecidos, pelo contacto dos referidos tecidos num meio
aquoso contendo pelo menos cerca de 2 ppm dos ALS preceden-
tes. Num modo preferível, o método compreende o contacto
dos tecidos com um banho aquoso compreendendo pelo menos
3 ppm (preferivelmente de cerca de 4 ppm a cerca de 25
ppm) dos ALS precedentes e pelo menos cerca de 10 ppm (pre-
ferivelmente de cerca de 30 ppm a cerca de 100 ppm) de um a-
35 maciador de tecidos catiónico, por um período de pelo me-

64.478 JUN 1992

1 nos cerca de 1 minuto (preferivelmente de cerca de 1 minuto
a cerca de 10 minutos) antes da separação dos tecidos do
banho aquoso. (Deverá entender-se que níveis ainda mais
5 baixos de ALS podem ser eficazes com tratamentos multi-cí-
clícos). Dever-se-ão compreender que tais métodos possam
ser prontamente realizados durante o ciclo de enxaguamen-
to numa máquina de lavar roupa automática convencional.

10 Todas as percentagens, razões e pro-
porções aqui mencioandas, são por peso, a não ser que con-
trariamente especificado.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

15 Os Ala da presente invenção são prepa-
rados por esterificação dos reagentes hidroxilo - e carboxi-
lato- substituídos, abaixo divulgados. Os seguintes exem-
plos ilustram ainda a preparação dos ALS de acordo com esta
invenção, mas não sendo limitativos.

EXEMPLO I

20 Síntese de um Polímero de Poli(Etileno-Glicol) Metil Éter
de PM 750, Teraftalato de Dimetilo, Poli(Etileno Glicol)
de PM 1500, Etileno Glicol e Propileno Glicol - A um frasco
25 de fundo redondo de 3 gargalos de 250 ml equipado com uma
barra misturadora magnética, com uma cabeça Claisen modi-
ficada, condensador (montado para desligar), termómetro,
e um controlador de temperatura (THERM-O-WATCH, I²R) é
adicionado poli(etileno glicol) metil éter de P.M. 750
30 (Aldrich, 50,0 g, 0,067 mol), teraftalato de dimetilo
(35,6 g, 0,183 mol), poli(etileno glicol) de PM 1.500
(Aldrich, 50,0 g, 0,033 mol), etileno glicol (Baker, 7,2g,
0,116 mol), 1.2-propileno glicol (Fisher, 8,9 g, 0,117
mol), óxido de estanho mono-butil hidratado (M & T Chemi-
35 cals, 0,30 g, 0,2 % do peso de reacção total), e hidroxito

26 JUN 1992

1 lueno butilado (Calbiochem, 0,15 g, 0,1 % do peso da
reação total). Esta mistura é aquecida até 180°C e manti-
da a essa temperatura de um dia para o outro sob a ação
de argônio, metanol e água destilada no recipiente da
5 reação. Um ^{13}C -NMR(DMSO- d_6) apresenta uma ressonância
residual para ésteres de metilo a 52 ppm. A temperatura
é aumentada até 200°C durante 5 horas, e então são adicio-
nados etileno glicol adicional (7,2 g, 0,116 mol) e pro-
pilenoglicol (8,9 g, 0,117 mol). A temperatura é di-
10 minuída para 190°C, onde é mantida de um dia para o outro.
Um ^{13}C -NMR(DMSO- d_6) apresenta este nível da reação para
ser completada pelo desaparecimento da ressonância dos
ésteres de metilo. O material é transferido para um frasco
de litro de um gargalo, fundo redondo e aquecido gradual-
15 mente durante cerca de 20 minutos a 230°C num aparelho
Kugelrohr (Aldrich) a cerca de 1,5 mm Hg e mantido assim
por 1 hora. É então permitido que o frasco arrefeça rapi-
damente até à temperatura ambiente, sob vácuo. (~30 min.).
A reação dá 124,1 g de um sólido castanho macio. O ^1H -
20 _NMR (DMSO- d_6) apresenta uma ressonância muito intensa
de cerca de 3,5 ppm para os segmentos de poli(oxietileno),
uma ressonância de cerca de 8,0 ppm para os teraftalatos,
ressonâncias de cerca de 1,4 ppm para o grupo metilo do
propilenoglicol duplamente esterificado, e de cerca de
25 4,7 ppm para o etileno glicol duplamente esterificado.
A comparação das ressonâncias a 1,4 e 4,7 ppm indica que
a razão molar das unidades de etileno glicol-derivado para
as unidades de propilenoglicol-derivado é aproximadamente
2,2 : 1. Isto é referido com a razão E/P. O ^{13}C -NMR
30 (DMSO- d_6) é também consistente com a estrutura desejada
do polímero, apresentando ressonância a 70,2 (segmentos de
polioxietileno), 16,5 ppm (CH_3 de propilenoglicol dupla-
mente esterificado), 63,6 ppm (etileno glicol duplamente
esterificado), e 58,4 ppm ($\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$). A ausência de
35 ressonância de cerca de 60 ppm para qualquer monoéster de

Ad JUN 1972

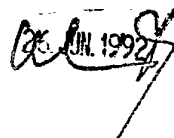
1 etileno glicol ($-\text{C}(\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ou para cerca de 20 ppm
para o grupo metilo de um dos monoésteres isoméricos de
propileno glicol ($-\text{C}(\text{O})\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH}$) indica que o grau
5 de polimerização é alto.

Um oligômero com uma razão E/P baixa,
pode ser obtido, usando as mesmas condições de síntese, ex-
cepto a razão inicial de etileno glicol: propileno glicol
que é reduzida. Tipicamente, uma razão inicial de glicol
10 de cerca de 0,25:1, dá uma razão E/P final de cerca de
0,5 : 1.

EXEMPLO 2

15 Polímero de Etileno Glicol, Teraftalato de Dimetilo, Poli
(Etileno Glicol)Metil Éter de PM 750, Poli(Etileno Glicol)
de P.M. 1.500 e 1,2-Propileno Glicol (com E/P = 1,5) -Para
dentro de um frasco de 5 litros de 3 gargalos, fundo redon-
do, equipado com um magnético, cobertura de
20 aquecimento, termômetro interno, cabeça de destilação,
condensador para desligar, passagem para gás inerte, e um
THERM-O-WATCH (I^2R) para controle de temperatura, ser colo-
cados os produtos seguintes:

	<u>Gramas</u>	<u>Moles</u>	<u>Fonte</u>
25 Etileno Glicol	130,2	2,1	MCB
Tetraftalato de Dimetilo	640,2	3,3	Aldrich
30 Poli(Etileno Glicol)	300	0,4	Union Carbide
Metil Éter P.M. 750			
Poli(Etileno Glicol)	1.500	1,0	Union Carbide
de P.M. 1.500			
35 1,2-Propileno Glicol	322	4,2	Fisher



1 (Cont.)

	<u>Gramas</u>	<u>Moles</u>	<u>Fonte</u>
5	Óxido de estanho 5,5		M & T Chem
	mono-butil hidra-		
	tado (FASCAT 4.100)		
10	Hidróxido tolueno 3,2		Carbiochem
	butilado (HTB)		

O sistema é agitado assim que a temperatura é gradualmente aumentada até 185°C e assim mantida por 28 horas à medida que o metanol destila dareacção.

Depois, ver tubo de passagem de vidro de frita é inserido junto do fundo do frasco e é passado gás inerte a alta velocidade, com a temperatura elevada gradualmente até 240°C. Continua-se com este processo durante aproximadamente 13 horas. O polímero resultante é deixado arrefecer para dar cerca de 2400 g de um sólido macio que é quase totalmente solúvel em água à temperatura ambiente, quando testado por agitação de um dia para o outro, a um nível de 10 % de sólidos. O $^1\text{H-NMR}(\text{d6-DMSO})$ apresenta uma ressonância natural de cerca de 3,45 ppm para os segmentos de polioxietileno, uma ressonância complexa de cerca de 8,05 ppm para os teraftalatos, ressonância de cerca de 1,4 ppm para o grupo metilo de propileno glicol esterificado duplamente, e de cerca de 4,7 ppm para etileno glicol esterificado duplamente. A comparação das ressonâncias de 1,4- e 4,7 ppm indica que a razão molar das unidades de etileno-glicol-derivado para as unidades de propileno glicol-derivado é de aproximadamente 1,5:1. Isto é referido como a razão E/P. O $^{13}\text{C-NMR}(\text{d6-DMSO})$ também é consistente com a estrutura do polímero desejada, apresentando ressonâncias a a 70,2 ppm (segmentos de polioxietileno), 16 ppm (CH_3 de

20 JUN 1992

- 1 propileno glicol duplamente esterificado), e um pico muito
fino de 58 ppm ($\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{O}-$). A ausência virtual de ressonân-
cias a cerca de 60 ppm de quaisquer rmonoésteres de etileno
5 glicol ($-\text{C}(\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ou a cerca de 20 ppm para um dos
monoésteres isoméricos de propileno glicol ($\text{C}-(\text{O})\text{OCH}(\text{CH}_3)-$
(CH_2OH) indica que o grau de polimerização é alto.

EXEMPLO III

- 10 Polímero de Etileno Glicol, Teraftalato de Dimetilo, Poli
(Etileno Glicol) Metil Éter de P.M. 750, Poli (Etileno
Glicol) de P.M. 1500 e 1,2-Propileno Glicol - Para dentro
de um frasco de 5 litros, com 3 gargalos, com fundo redondo
equipado com misturador magnético, cobertura de aquecimento,
15 termômetro interno, cabeça de destilação, condensador
para destilação, passagem apra gás inerte, e um THERM-O-
-WATCH (I^2R) para controle de temperatura, são colocados
os produtos seguintes:

20		<u>Gramas</u>	<u>Moles</u>	<u>Fonte</u>
	Etileno glicol	408	6,58	Fisher
	Teraftalato de dimetilo	1024	5,28	Aldrich
25	Poli(Etileno glicol)	480	0,64	Aldrich
	Metil éter PM 750			
	Poli(Etileno glicol) de PM 1500	2400	1,60	Aldrich
30	1,2-Propileno glicol	510	6,71	Mallinkrodt
	Óxido de estanho mono- butil hidratado (FASCAT 4100)	3		M&T Chem
35	Hidróxido de tolueno butilado (HTB)	3		Calbiochem

26 JUN 1992

1 O sistema é agitado à medida que a temperatura é gradualmente aumentada de 175°C até 195°C durante um período de 36 horas, à medida que 290 g do produto da destilação (metanol, a maior parte) são recolhidas.

5 A temperatura é então aumentada para 210°C por 18 horas à medida que é recolhido mais produto da destilação. Depois, um tubo de frita, de passagem é inserido, junto do fundo do frasco, e é passado gás inerte a alta velocidade com a temperatura mantida a 200°C. Isto é prosseguido durante 4 dias

10 à medida que uma pequena quantidade de produto de destilação é colectado. O polímero resultante é deixado arrefecer para dar cerca de 3.800 g de um sólido que é cerca de 65 % solúvel em água à temperatura ambiente quando testado por agitação de um dia para o outro a um nível de sólidos

15 de 10 %.(Em soluções de conteúdos sólidos mais baixos a fracção dissolvente parece ser consideravelmente alta). O $^1\text{H-NMR}$ ($\text{d}_6\text{-DMSO}$) apresenta uma ressonância muito intensa de cerca de 3,45 ppm para os segmentos de polioxietileno, uma ressonância complexa de cerca de 8,05 ppm para os teraftalatos, ressonâncias a cerca de 1,4 ppm para o grupo metilo para propileno glicol duplamente esterificado, e a cerca de

20 4,7 ppm para o etileno glicol duplamente esterificado. A comparação das ressonâncias a 1,4 e 4,7 ppm indica que a razão molar de unidades de etileno glicol-derivado para as unidades de propileno glicol derivado é aproximadamente

25 2,6:1. Isto é referido como a razão E/P. O $^{13}\text{C-NMR}$ ($\text{D}_6\text{-DMSO}$) é também consistente com a estrutura de polímero desejada, apresentando ressonâncias a 70,2 ppm (segmentos de polioxietileno), 16 ppm (CH_3 de propileno glicol duplamente esterificado), 63,6 ppm (etileno glicol duplamente esterificado), e um pico muito fino de 58 ppm

30 ($\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O-}$). A ausência virtual de ressonâncias a cerca de 60 ppm para qualquer monoéster de etileno glicol ($\text{-C(O)OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ou a cerca de 20 ppm para um dos monoésteres isoméricos de propileno glicol indica que o grau de

35

64.478
1992

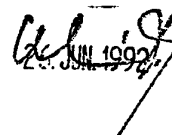
1 polimerização é alto.

Composições de Tratamento de Tecidos

5 Segundo esta invenção, os ALS podem ser empregues numa variedade de circunstâncias em que seja desejado dar aos tecidos em acabamento libertados de sujidade, especialmente numa operação de lavandaria. Por exemplo, estes ALS podem ser adicionados directamente a um
10 banho de lavandaria ou de enxaguamento de uma máquina de lavar automática. Alternativamente, os ALS podem ser pulverizados nos tecidos durante a operação de passagem a ferro. De outro modo, os ALS podem ser depositados nos tecidos durante uma operação de secagem num secador de
15 roupa automático.

De um modo preferível, estes não são depositados nos tecidos por um banho aquoso contendo um amaciador de tecidos, tal como os amaciadores de tecidos catiónicos, bem conhecidos na arte. De facto, vários ALS
20 podem ser seleccionados dos aqui apresentados que são bastante compatíveis com os catiónicos e não aumentam, desvantajosamente, as viscosidades, mesmo dos produtos de amaciadores de tecidos, líquidos, "triplo-concentrado", que entraram recentemente no mercado. Em geral, os ALS de peso
25 molecular baixo, resultarão em aumentos menores de viscosidades. Consequentemente, as composições preferidas aqui descritas, proporcionam tanto um componente amaciador de tecidos, como um componente ALS, e ser designados para proporcionar um benefício amaciadore de tecidos (e antiestático) concorrentemente com um condicionador libertador de
30 sujidade. O seguinte pretende ajudar o formulador na manufactura de composições libertadoras de sujidade combinadas com amaciadores de tecidos, mas não pretende ser limitativo.

35 Amaciadores de Tecidos Líquidos- As



21 JUN 1992

1 composições amaciadoras de tecidos, líquidas, da presente
invenção, compreendem uma quantidade eficaz dos ALS acima
5 definidos. O que é uma "quantidade eficaz" dependerá do
ALS particular utilizado, do tipo particular de formulação
do amaciador de tecidos e dos benefícios desejados. Geral-
mente, os ALS são eficazes quando incluídos numa quanti-
dade de cerca de 0,01 a cerca de 10 % por peso da composi-
ção. Em termos de benefícios os libertadores de sujidade,
10 as composições preferidas dos amaciadores de tecidos, podem
compreender de cerca de 0,1 % a cerca de 5 % por peso dos
ALS, mas tipicamente compreendem de cerca de 0,3 % a cerca
de 3 % por peso desses compostos.

15 As composições amaciadoras de tecidos
da presente invenção compreendem ainda, de cerca de 2 a
cerca de 50 % (preferencialmente de cerca de 3 a cerca de
25 %) por peso dos componentes amaciadores de tecidos. Para
composições amaciadoras de tecidos de força regular (1 x)
o componente amaciador de tecidos compreende, tipicamente,
20 de cerca de 3 a cerca de 10 % por peso da composição. Para
composições amaciadoras de tecidos, concentradas (ex. 3X)
o componente amaciador de tecidos., compreende tipicamente
de cerca de 15 a cerca de 25% por peso da composição.

25 O componente amaciador de tecidos
compreende tipicamente um sal de amónio mono ou bi(alquilo
superior) quaternário ou misturas de tais sais. Ver U.S.
Patent 3.928.213 de Temple et al., de 23 de Dezembro de
1975, especialmente da 2ª Coluna, linha 57 à 45ª coluna,
linha 34, e U.S. Patent 4.399.045 de Bruns, de 16 de Agosto
30 de 1983, especialmente da coluna 4, linha 23 até à coluna
7, linha 2 (aqui incorporado por referência), que apresenta
sais de amónio quaternário apropriados. Por "alquilo supe-
rior" como usado no contexto dos sais de amónio quaternário
é pretendido dizer grupos alquilo tendo de 8 a 30 átomos de
35 carbono, preferivelmente de 12 a 22 átomos de carbono. Exem-

26 JUN 1992

1 plos de tais sais, convencionais, de amônio quaternário,
incluem:

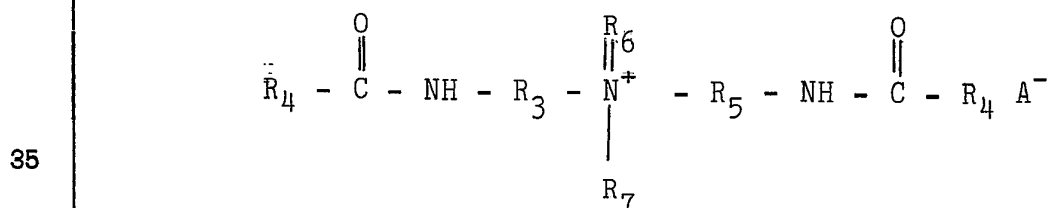
5 1. Sais monoazotados de amônio quaternário com a
fórmula:



15 em que R_1 é um grupo hidrocarbonado alifático $C_{12}-C_{22}$,
 R_2 é um grupo hidroxialquilo ou de alquilo saturado
 C_1-C_4 . R_3 é seleccionado dos grupos R_1 (preferível) ou
do R_2 e A é um anião tal como o clorido, bromido ou me-
til sulfato.

20 Exemplos de sais monoazotados de amô-
nio quaternário apropriados, são o cloreto de mono-sebo-
-trimetil-amônio (CMSTA) cloreto de di-sebo-metil-amônio
(CDSMA), sulfato de di-sebo-dimetil-amônio-metil, clo-
reto di(sebo hydrogenado)dimetil-amônio, cloreto de
dibehenildimetilamônio, cloreto de di-hexadecildimetil-
-amônio, cloreto de dioctadecildimetilamônio, cloreto
25 de dieicosildimetilamônio, cloreto didocosildimetil-
amônio; cloreto de dihexadecildietilamônio, brometo
de di-sebo-di-propilamônio; cloreto de di(alquil de côco)
dimetilamônio; e suas misturas;

30 2. sais diamido de amônio quaternário com a
fórmula:



25 JUN 1997

em que R_4 é um grupo hidrocarbonado alifático $C_{12}-C_{22}$; R_3 e R_5 são ambos grupos alquilenos divalentes tendo de 1 a 3 átomos de carbono; R_6 é um grupo de alquilo saturado ou hidroxialquilo C_1-C_4 ; R_7 é R_6 ou a metade $(C_aH_{2a}O)_bH$, em que a , é 2 ou 3 e b , é de 1 a cerca de 5; e A é um anião.

Exemplos de sais di-amido de amônio quaternário apropriados são sulfato de metil-bis(sebo-amidoetil)(2-hidroxi-etil)amônio metil, sulfato de metil-bis(sebo-amido-etil hidrogenado) (2-hidroxietil)-amônio metil, e sulfato-bis (2-sebo-amido-etil hidrogenado)amônio etoxilado metil;

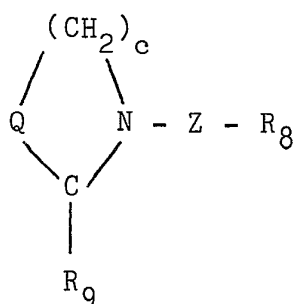
Estas matérias estão disponíveis na Sherex Chemical Company, sob os nomes comerciais VARISOFT 222, VARISOFT 220 e VARISOFT 110;

3. os sais de imidazolínio quaternário, tal como o sulfato (vendido sob o nome comercial VARISOFT 475), de 1-metil-1-sebo-amidoetil-2-sebo-imidazolínio metil (vendido sob o nome comercial VARISOFT 445), sulfato de 1-metil-(seboamidoetil hidrogenado)-2-sebo-imidazolinometil (vendido sob o nome comercial VARISOFT 6112); e metilsulfato de 1-metil-2-sebo-3-[sebo-amido-etilseboaminoetil]imidazolínio (vendido sob o nome comercial VARISOFT 3012).

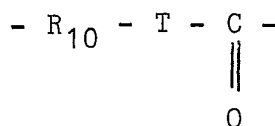
Para as composições amaciadoras de tecidos, concentradas, um componente amaciador de tecidos, compreende: (A) de cerca de 2 a cerca de 25 % por peso dos sais monoazotados de amônio quaternário (B) de 0 a cerca de 14 % por peso de sais di-amido de amônio quaternário; (C) de cerca de 2 a cerca de 13 % por peso dos sais de imidazolinio QUATERNÁRIO; A quantia total dos sais A, B e C sendo de cerca de 15 a cerca de 22,5 % por peso. Ver U.S. Patent 4.399.045 de Burns, de 16 de Agosto de 1983 que é aqui incorporada por referência.

25 JUN 1992

O componente amaciador de tecidos pode também compreender certas aminas cíclicas (alquilo superior, tipicamente como uma mistura com um sal (sais) de amônio quaternário. Estas aminas cíclicas tem a fórmula:



em que c é 2 ou 3, preferivelmente 2; R_8 e R_9 são, independentemente, um grupo alquilo ou alquenilo $\text{C}_8\text{-C}_{30}$, preferivelmente alquilo $\text{C}_{11}\text{-C}_{22}$, mais preferivelmente, alquilo $\text{C}_{15}\text{-C}_{18}$, ou misturas de tais radicais alquilo, tal como aqueles obtidos do óleo de côco, sebo "macio" (não endurecido) e sebo endurecido; Q , é CH ou N, preferivelmente N; Z é



em que T é O ou NR_{11} , sendo R_{11} , H ou alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$, preferivelmente H; e R_{10} é um grupo alquilenos divalente $\text{C}_1\text{-C}_3$ ou $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_d$, em que d é um número de 1 a 8, ou Z é R_{10} .

Exemplos específicos de tais aminas são os seguintes: 1-sebo-amido-etil-2-sebo-imidazolina; 1-(2- $\text{C}_{14}\text{-C}_{18}$ -alquil-amido-etil)-2-($\text{C}_{13}\text{-C}_{17}$ -alquil-4,5, dihidro-imidazolo; 1-estearil-amido-propil-2-estearil-

65 JUN 1992

imidazolina; e 1-seboamido-butil-2-sebo-piperidina.

Estas aminas e métodos para a sua preparação estão completamente descritos na British Application 8.508.130 de 28 de Março de 1985, de Koenig e de Buzzacarini que é aqui incorporado por referência (ver também U.S. Patent 4.711.730, coluna 28).

C. Ingredientes Opcionais

1. Ácidos e Bases - Quando as amidas cíclicas estão presentes no componente amaciador de tecidos, o Ph da composição amaciadora de tecidos é importante para a devida dispersão das aminas. Além do mais, um pH um pouco ácido é preferido para a estabilidade hidrolítica dos compostos libertadores de sujidade da presente invenção. Consequentemente, podem ser adicionados ácidos e/ou bases à composição para ajustar o seu pH. A quantidade de ácido ou base deve ser tal que o pH da dispersão depois de mexida, varia entre os valores de cerca de 2,5 a cerca de 6,5.

Exemplos de ácidos apropriados incluem ácidos minerais inorgânicos, ácidos carboxílicos, em particular os ácidos carboxílicos de baixo peso molecular (C_1-C_3) e ácidos alcanossulfônicos.

Os ácidos inorgânicos apropriados incluem HCl , H_2SO_4 , HNO_3 e H_3PO_4 . Os ácidos orgânicos apropriados incluem ácido fórmico, acético, metanossulfônico e etanossulfônico. Os ácidos preferidos são os ácidos hidroclicó, fosfórico, fórmico e metanossulfônico.

As base apropriadas incluem $NaOH$ e Na_2CO_3 .

2. Solvente orgânico - As composi-

25 JUN. 1992

1 ções amaciadoras de tecidos da presente invenção podem ser
formuladas sem a utilização de qualquer solvente orgânico.
Contudo, a presença de solventes orgânicos (por exemplo, ál-
5 coois alifáticos, miscíveis na água, de baixo peso molecu-
lar) não prejudica a estabilidade de armazenamento, a vis-
cosidade ou o papel amaciador das composições. Exemplos de
tais solventes incluem o etanol e o isopropanol.

10 Tipicamente, o(s) sal(sais) de amó-
nio quaternário (ou aminas cíclicas) serão obtidas dum for-
necedor de químicos importantes na forma sólida ou como uma
solução num solvente orgânico, por ex. isopropanol. Não há
necessidade de remover tal solvente durante a elaboração
das composições. Na verdade, pode ser adicionado solvente
15 adicional se julgar necessário.

3. **Não Iônicos Opcionais** - As composições ama-
ciadoras de tecidos opcionalmente não iônicos como
tem sido divulgado para uso em composições amaciadoras.
Tais não iônicos e os níveis de uso, têm sido divulgados na
20 U.S. Patent 4.454.049, de MacGilp et al., de 12 de Junho de
1984, que é incorporada por referência.

Exemplos específicos de não iônicos
apropriados para as composições amaciadoras de tecidos,
incluem ésteres de glicerol (ex. glicol monoestearato),
25 álcoois gordos (ex. álcool estearil) e álcoois gordos alco-
xilados. Se usado, o não iônico, é tipicamente usado a um
nível na variação de cerca de 0,5 a cerca de 10 % por
peso da composição.

30 Apesar de considerado como tendo
geralmente propriedades amaciadoras de tecidos, os não
iônicos não são considerados parte do componente amacia-
dor de tecidos para o propósito de calcular a quantidade
de componente amaciador de tecidos na composição.

35 4. **Componente de Silicone Opcional** - A composi-

26 JUN 1992

ção amaciadora de tecidos, contém opcionalmente uma emulsão aquosa de um polidialquil ou alquil aril siloxano predominantemente linear no qual os grupos alquilo podem ter de 1 a 5 átomos de carbono e podem ser total ou parcialmente fluoretados. Silicones apropriados são os siloxanos de polidimetil tendo uma viscosidade a 25°C variando de cerca de 100 a cerca de 100.000 centistokes, preferivelmente com uma variação de cerca de 1.000 a cerca de 12.000 centistokes.

As características da carga iónica do silicone, como usado na combinação, pode ser importante na determinação da extensão da deposição e da uniformidade da distribuição do silicone e consequentemente das propriedades do tecido, com ele tratado.

Os silicones com carácter catiónico apresentam uma tendência acentuada para depósito. Os silicones são considerados de grande valor porque proporcionam benefícios de facto nos tecidos, têm um carácter predominantemente linear e são preferencialmente siloxanos polidialquil nos quais o grupo alquilo é a maior parte das vezes metilo. Tais polímeros de silicone são frequentemente manufacturados comercialmente por polimerização da emulsão, utilizando-se um ácido forte ou um catalisador alcalino forte na presença de um sistema emulsionador não iónico ou misto, não iónico-aniónico.

O componente de silicone opcional compreende também um silicone de carácter catiónico que é definido como tendo um de: (a) um poli-di- C_1-C_5 -alquil ou C_1 -alquil, aril poli siloxano predominantemente linear preparado por polimerização emulsão utilizando um surfactante catiónico como emulsionados; (b) um alfa-omega-di-quaternizado di C_1-C_5 ou C_1-C_5 alquil, polímero siloxano aril; ou (c) um polímero amino funcional di (polímero C_1-C_5 alquil ou siloxano aril alquil no qual o grupo

1 amino pode ser substituído e pode ser quaternizado e no
qual o grau de substituição (G.S.) varia de 0,001 a 0,2
preferivelmente de 0,01 a 0,073; desde que a viscosidade
5 a 25°C, do silicone, seja de cerca de 100 a cerca de
100.000 centistokes.

As composições amaciadoras de tecidos aqui descritos podem conter mais do que cerca de 10 %, preferivelmente de cerca de 0,1 % a cerca de 5 % do componente de silicone.

10
5. Outros Ingredientes Opcionais - De forma a melhorar mais ainda, a estabilidade das composições amaciadoras de tecidos e rectificar ainda as suas viscosidades, estas composições podem conter quantidades relativamente
15 pequenas de electrolitos (ex. 0,1 % - 3 %), tal como NaCl, KBr, LiCl, $MgCl_2$ ou $CaCl_2$.

As composições amaciadoras de tecidos podem também conter, opcionalmente, outros ingredientes conhecidos como apropriados para o uso em amaciadores textéis. Tais adjuvantes incluem perfumes, conservantes germicidas, corantes, secantes, fungicidas, estabilizadores, branqueadores, e opacificadores. Se utilizados, estes adjuvantes são normalmente adicionados aos seus níveis convencionais (ca. 0,1 % - 5 %). Contudo, no caso da composição dos ingredientes utilizados para um efeito de tratamento de tecidos por exemplo perfumes, estes materiais podem ser adicionados a níveis superiores aos normais, correspondendo ao grau de concentração do produto.

30 O balanço das composições amaciadoras de tecidos, líquidas, da presente invenção é água.

O que se segue ilustra composições líquidas do tipo precedente.

26 JUN 1992

1

Exemplo IV

Uma composição base amaciadora de tecidos é preparada a partir dos seguintes ingredientes:

5

<u>Ingrediente</u>	<u>Peso %</u>
Cloreto de di-sebo-dimetil amônio	4,33
Sulfato de 1-metil-1-sebo-amido etil-2-sebo imidazolinio metil (VARISOFT 475)	1,0
Etanol	0,7
Isopropanol	0,1
Perfume	0,42
Corantes	0,1
Residuais *	superior a 0,1
Água	Restante

15

20

* Conservantes, NaCl, NaOH, H₂SO₄, solução anti-oxidante.

25

A esta composição base é adicionado 1 % por peso dos ALS dos Exemplos I e II, respectivamente, para proporcionar composições de ALSIVA e IVB/amaciadoras de tecidos.

30

Exemplos V-VIII

A força média e as composições base amaciadoras de tecidos concentradas são preparadas a partir dos seguintes ingredientes:

35

Del...
26 JUN 1992

1	<u>Ingrediente</u>	<u>Peso %</u>			
		V	VI	VII	VIII
5	Cloreto de Dizehodimetil-amônio	3,65	7,7	2,33	7,0
	Cloreto de 1-seboamido-etil-2-seboimidazolina	3,65	14,3	4,33	3,0
10	Cloreto de sebotrimetil-amônio Polidimetilsiloxano	0,5	0,5	---	---
	(viscosidade 5.000 centistokes	0,2	0,6	1,33	4,0
15	Perfumes	0,25	0,45	0,25	0,45
	Residuais *	0,13	0,13	0,13	0,13
	HCl	---	até pH 4	---	---
20	Água	---	Balanço	---	---
	* CaCl ₂ , bactericida				

25 Às composições base, de força média, V e VII são adicionados 0,5 % por peso dos ALS dos Exemplos I e III respectivamente. Às composições base concentradas, VI e VIII ser adicionadas 1,5 % por peso dos ALS dos Exemplos I e II, respectivamente.

30 Exemplo IX

Uma composição base amaciadora de tecidos concentrada, é preparada a partir dos seguintes ingredientes:

35

6 JUN 1992

1	<u>Ingrediente</u>	<u>% em peso</u>
5	Cloreto de sebodimetilamônio desidrogenado	13
	Sulfito 1-metil-1-seboamido-etil-2-seboimidazolínio-metil	3
10	Corante azul brilhante polar	80 ppm
	CaCl ₂	0,265
	Perfume	0,75
	Etanol	0,92
15	Isopropanol	1,36
	Água	Balanço

20 A esta composição base concentrada, é adicionado 1,5 % por peso dos ALS dos Exemplos I, II e III, respectivamente, para proporcionar composições amaciadoras concentradas mais ALS IXA, IXB e IXC.

Exemplo X

25 Uma composição amaciadora preferida é da seguinte sequência:

	<u>Ingrediente</u>	<u>% em peso da fórmula final</u>
	<u>PREMIX</u>	
30	DTDMAC	4,00
	MTTMAC	0,67
	VARISOFT 475*	2,00

35

22 JUN 1992

1 Exemplo X (Cont.)

IngredientePREMIX% em peso da fórmula final

5

Base Aquosa

Água desionizada restante

Silicone DC-1520 0,02
(anti-espuma)

10

HCl^{**} 0,35

Lytron 621 (tinta) 0,75

ALS^{***} 2,25

15

Após Adição

KATHON (conservante 0,04

Poli(dimetil siloxano)^{****} 0,20

20

Perfume 0,30

* Amaciador de tecidos imidazolínio

** Suficiente para ter um produto final com pH de
3-3,5.

25

*** Preparado de acordo com o Exemplo I; razão E/P de
1,5**** Uma emulsão em água de 55 % de polidimetil siloxano
(350 cps)

30

A pré-mistura é combinada com base
aquosa, depois continuada com a mistura Pós-Adição.Exemplo XI

35

Utilizando os ingredientes ilustrados

26 JUN 1992

1 no Exemplo X, um amaciador de tecidos, concentrado, 3X, é
preparado da seguinte maneira:

5 Ingrediente
Pré-mistura % em peso da Fórmula Geral

DTOMAC 14,67

VARISOFT 475 6,00

10 Base Aquosa

Água desionizada Restante

Silicone DC_-1520 0,02

15 HCl* 0,35

Lytron 621 (tinta) 0,75

ALS (E/P 1,5 por Exemplo II) 1,50

Após-Adição

20 KATHON 0,04

Poli(dimetilsiloxano) 0,54

Perfume 1,05

25 * suficiente para o produto final ter um pH de 3-3,5

30 **Detergente de Lavandaria** - Os ALS da presente
invenção são também úteis em certas composições detergentes
de lavandaria para proporcionarem propriedades libertadoras
de sujidade. Estas composições podem ser utilizadas como
detergentes de lavandaria, aditivos de lavandaria e pré-
tratamentos de lavandaria.

35 As composições detergentes de lavanda-
ria da presente invenção contêm um componente libertador

Cec. JUN. 1992

1 de sujidade que contém uma quantidade eficaz de HLS defi-
nido previamente. O que se entende por uma "quantidade
eficaz" dependerá do ALS particular utilizado, do tipo par-
ticular de formulação de detergente (líquido, granular,
5 etc.) e dos benefícios desejados. Geralmente, os ALS são
eficazes quando incluídos numa quantidade de cerca de 0,01
a cerca de 10 % por peso da composição. No caso de bene-
fícios de libertação de sujidade, as composições detergentes
de lavandaria preferidas podem compreender de cerca de 0,1
10 a cerca de 5 % por peso dos ALS, mas compreendem tipicamen-
te de cerca de 0,3 a cerca de 3 % por peso desses compostos.

Para as formulações detergentes granu-
lares, o componente ALS compreende, tipicamente, os compos-
tos ALS mais uma matéria qualquer que seja protectora. Ao
15 fazerem-se as formulações detergentes granulares, os ALS
podem ser expostas a matérias altamente alcalinas, tal como
o NaOH e o KOH. Os ALS, em particular aqueles com estruturas
principais pequenas, podem ser degradados por ambientes al-
calinos, especialmente aqueles com um pH inferior a cerca
20 de 8,5. Consequentemente, os ALS são preferivelmente reves-
tidos por uma matéria que os proteje do ambiente alcalino
de uma formulação detergente granular, mas que permite a
dispersão do ALS na operação de lavandaria.

25 As matérias revestidas incluem incluem
surfactantes não iónicos, polietileno glicol (PEG), ácidos
gordos, ésteres de ácidos gordos de diois e poliois, sur-
factantes aniónicos, polímeros formadores de películas e
misturas dessas matérias. Exemplos de matérias de revesti-
30 mento surfactantes, não iónicas, apropriadas, compreendem
algumas daquelas descritas em seguida, sendo úteis também
como surfactantes detergentes nas composições. Exemplos de
matérias de revestimento PEG apropriadas são aquelas com um
P.M. médio de cerca de 2.000 a 15.000, preferivelmente de
35 cerca de 3.000 a cerca de 10.000 mais preferivelmente de

26 JUN 1992

1 de cerca de 4.000 a cerca de 8.000. Exemplos de matérias
de revestimento de ácidos gordos superiores tendo 12 a 18
átomos de carbono. Exemplos de matérias de revestimento
5 de ésteres de ácidos gordos, apropriadas, incluem ésteres
de ácido gordo sorbitan (ex: sorbitan monolaurato). Ou-
tros exemplos de matérias de revestimento apropriadas,
incluindo os surfactantes aniônicos e os polímeros forma-
dores de películas, são apresentados na U.S. Patent
10 4.486.327 de Murphy et al., de 4 de Dezembro de 1984, que
é incorporada por referência. Os ALS podem ser revestidos
segundo métodos apresentados nesta patente de Murphy et al.

Por formulações de detergentes líquidos
o componente ALS pode ser compreendido totalmente por ALS
ou pode ainda incluir um solvente orgânico solúvel em
15 água ou um hidrotropilo para ajudar a dissolver os ALS.
Os solventes orgânicos apropriados são geralmente aromáti-
cos e podem incluir benzoato etil, fenoxi etanol, metil-
-O-toluato, álcool 2-metoxibenzil e pirrolidona. Os hi-
drotrópicos apropriados incluem os PEG revestidos de me-
20 til e poliésteres de pequena estrutura. Estes poliésteres
de estruturas pequenas são mais solúveis em água e, con-
sequentemente podem funcionar como hidrotropicos para os
ALS com suas longas estruturas e menos solúveis em água.

25 A quantidade, ou mesmo a necessidade
de solventes orgânicos ou hidrotropicos para preparar for-
mulações de detergentes líquidos contendo os ALS da presen-
te invenção, dependerá dos ALS utilizados, especialmente
qual a sua fracção solúvel em água, dos ingredientes pre-
30 sentes no sistema detergente de lavandaria, e se é desejado
um líquido homogéneo, isotrópico. Para as formulações de-
tergentes líquidos isotrópicos, é necessário que os ALS
sejam dissolvidos o mais possível, o que requer, por vezes,
o uso de solventes orgânicos ou hidrotropicos. Crê-se,
35 também, que dissolvendo os ALS nas formulações detergentes

64.478/1992

líquidas, pode torná-los mais eficazes como agentes libertadores de sujidade, facilitando a sua dissolução na solução de lavagem e por meio disso, a sua absorção nos tecidos alvo.

As composições de lavandaria da presente invenção, compreendem, preferivelmente, de cerca de 5 a cerca de 75 % por peso de um surfactante deterativo não interferente, preferivelmente, não iónico. Os surfactantes deterativos, não iónicos, compreendem preferivelmente de cerca de 10 a cerca de 40 % por peso da composição, e mais preferivelmente de cerca de 15 a cerca de 30 % por peso.

Os surfactantes não-iónicos, apropriados para o uso em composições de lavandaria, da presente invenção, são geralmente apresentados na U.S. Patent 3.929.678 de de Laughlin et al., de 30 de Dezembro de 1975 de coluna 13, linha 14, até à coluna 16 linha 6 (aqui incorporada por referência). As classes dos surfactantes não iónicos incluídos são:

1. O óxido de polietileno condensa-se em alquil fenóis. Exemplos de compostos deste tipo incluem nonilfenol condensado com cerca de 9,5 moles de óxido de etileno por mole de nonilfenol. dodecilfenol condensado com cerca de 12 moles de óxido de etileno por mole de fenol. Estes materiais estão disponíveis como IGEPAL CO-630, comercializados pela GAF Corporation, e Triton X-45, X-114, X-100 e X-102, todos comercializados pela Rohm & Haas Company.

2. Os produtos de condensação de álcoois alifáticos com cerca de 1 a cerca de 25 moles de óxido de etileno. A cadeia alcalina do álcool alifático tanto pode ser linear como ramificado, primária ou secundária, e contém geralmente de cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono. Exemplos destes álcoois etoxilados incluem o produto de condensação de álcool miristil condensado com

C. JUN 1992

1 cerca de 10 moles de óxido de etileno por mole de álcool
e o produto de condensação de cerca de 9 moles de óxido de
etileno com álcool de côco (uma mistura de álcoois gordos
5 com cadeias de alquilo com um comprimento que varia de 10
a 14 átomos de carbono). Exemplos de surfactantes não iô-
nicos comercialmente disponíveis deste tipo, incluem o
TERGITOL 15-S-9, comercializado pela Union Carbide Corpo-
ration, NEODOL 45-9, NEODOL 23-6,5, NEODOL 45-7 e NEODOL
10 45-4, comercializada pela Shell Chemical Company, e KYRO
EOB, comercializado pela THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

3. Os produtos de condensação de
óxido de etileno com uma base hidrofóbica formada pela con-
densação de óxido de propileno com glicol de propileno.
15 Exemplos de compostos deste tipo, incluem alguns dos sur-
factantes PLURONIC, comercialmente disponíveis, comercia-
lizados pela Wyandotte Chemical Corporation.

4. Os produtos de condensação do óxi-
do de etileno com o produto resultante da reacção do óxido
de propileno com etilenodiamina. Exemplos deste tipo de
surfactante não-iônicos incluem alguns dos compostos
20 TETRONIC, comercialmente disponíveis, comercializados pela
Wyandotte Chemical Corporation.

25 5. Surfactantes detergentes, não ióni-
cos, semi-polares que incluem óxidos de amina solúveis em
água, contendo uma porção de alquilo de cerca de 10 a 18 á-
tomos de carbono e 2 porções seleccionadas do grupo cons-
tituído por grupos alquilo e hidroxialquilo contendo de 1
30 a cerca de 3 átomos de carbono; óxidos de fosfina solúveis
em água contendo uma porção de alquilo de cerca de 10 a 18
átomos de carbono e 2 porções seleccionadas do grupo cons-
tituído por grupos alquilo e hidroxialquilo contendo cerca
de 1 a 3 átomos de carbono; e sulfóxidos solúveis em água
35 contendo uma porção de alquilo de cerca de 10 a cerca de

26 JUN 1992

1 18 átomos de carbono e uma porção seleccionada do grupo
constituído por porções de alquilo e hidroxialquilo de cer-
ca de 1 a 3 átomos de carbono. Os surfactantes detergentes
de óxido de amina preferidos são óxido de alquilo dimetilo
5 amina $C_{10}-C_{18}$ e óxido de alcoxi-etil-dihidroxietilamina
 C_8-C_{12} .

6. Os alquil-polissacáridos apresen-
tados na European Patent Application 70.074 de Ramon A. Lle-
nado, de 19 de Janeiro de 1983, contendo um grupo hidrofó-
10 bico com cerca de 6 a cerca de 30 átomos de carbono, pre-
ferivelmente de cerca de 10 a cerca de 16 átomos de carbo-
no e um polissacarídeo, por ex: um poliglicosido, grupo
hidrofílico contendo de cerca de 1,5 a cerca de 10, pre-
15 ferivelmente de cerca de 1,5 a cerca de 3, mais preferivel-
mente de cerca de 1,6 a cerca de 2,6 unidade de sacarido.

7. Surfactantes detergentes de áci-
dos gordos de amida (ver U.S. Patent 4.711.730, coluna 17,
20 linha 35, para uma descrição de tais surfactantes).

8. Surfactantes de ácidos gordos de
polihidroxiamida; ver U.S. Patent 2,965.576 de 20 de
Dezembro de 1960; e também GB Patent 809.060.

25 Os surfactantes detergentes não iónicos
preferidos para o uso em composições de lavandaria, da pre-
sente invenção, são os álcoois etoxilados e alquilfenóis, es-
pecialmente os produtos de condensação de álcoois $C_{12}-C_{14}$
com de cerca de 3 a cerca de 7 moles de óxido de etileno
30 por mole de álcool, por ex: álcool $C_{12}-C_{13}$ condensado com
cerca de 6,5 moles de óxido de etileno por mole de ál-
cool. Os surfactantes do tipo glucamina-amida, N-alquilo
como descritos na U.S. Patent 2,965.576 e na British Patent
809.060 de E. R. Wilson constituem outra classe de surfac-
35 tantes não-iónicos preferidos para este uso.

C25 JUN 1992

1 As composições de lavandaria da presen
te invenção podem também compreender de 0 a cerca de 15 %
por peso (preferivelmente de 0 a cerca de 10 % por peso)
de surfactantes detergentes aniônicos, sintéticos. Estes
5 surfactantes detergentes aniônicos sintéticos incluem os
sais solúveis em água, tipicamente os sais de metais alcalinos de amônio e alquil-amônio de produtos da reação sulfúricos orgânicos, tendo na sua estrutura molecular um grupo alquilo contendo de cerca de 10 a cerca de 20 átomos
10 de carbono, e um óxido sulfônico de um grupo éster do ácido sulfúrico (incluído no termo "alquilo" está a porção alquilo dos grupos acilo.

Exemplos deste grupo de surfactantes
15 aniônicos sintéticos estão os sulfatos de sódio e de potássio alquilo, especialmente os obtidos sulfatando os álcoois superiores (C_8 - C_{18} átomos de carbono) e os alquil benzeno-sulfonatos de sódio e potássio nos quais o grupo alquilo contém de cerca de 9 a cerca de 15 átomos de carbono, numa cadeia de configuração linear ou ramificada, por ex.
20 os do tipo descrito na U.S. Patent 2.220.099 e 2.477.383. Incluídos nesta classe de surfactantes estão os alquil-benzeno-sulfonatos de cadeia linear nos quais o número médio de átomos de carbono do grupo alquilo é de cerca de 11 a 13, abreviados como C_{11} - C_{13} LAS.

25 Os surfactantes aniônicos sintéticos incluem também: os sulfatos C_{10} - C_{22} alquil polietoxilados; os sulfonatos de sódio alquil gliceril éter; os sais de ésteres de ácidos gordos alfa-sulfonados, solúveis em água, contendo cerca de 6 a 20 átomos de carbono no grupo dos ácidos gordos e cerca de 1 a 10 átomos de carbono no grupo éster; os sais dos ácidos 2-aciloxi-alcano-1-sulfônico, solúveis em água, contendo de cerca de 2 a 9 átomos de carbono no grupo acilo e cerca de 9 a cerca de 23
35 átomos de carbono na porção alcano; os sulfatos alquil

02 JUN 1996

1 étercontendo de cerca de 10 a 20 átomos de carbono no grupo
alquilo e cerca de 1 a 30 moles de óxido de etileno; sais
de sulfatos de olefina solúveis em água, contendo de cerca
5 de 12 a 24 átomos de carbono; e beta-alquiloxialcanosul-
fonatos contendo de cerca de 1 a 3 átomos de carbono no
grupo alquilo e cerca de 8 a 20 átomos de carbono na porção
alcano.

10 As composições de lavanderia da presen-
te invenção podem também incluir surfactantes detergentes
catiônicos e anfotéricos, zwitteriônicos, assim como sabões
de metais alcalinos.

15 Os surfactantes anfotéricos podem geral-
mente ser descritos como derivados alifáticos de amins se-
cundárias e terciárias, ou deriva dos alifáticos de amins
heterocíclicas secundárias e terciárias em que o radical
alifático pode ter uma cadeia linear ou ramificada e em que
um dos substituintes alifáticos contém de cerca de 8 a 18
20 átomos de carbono e pelo menos um contém um grupo aniônico
solúvel em água, por exemplo, carboxi, sulfonato, sulfato.
Ver U.S. Patent 3,929.678 de Laughlin et al., de 30 de De-
zembro de 1975, em coluna 19, linhas 18-35 (aqui incorpora-
do por referência) para exemplos de surfactantes anfotéri-
cos.

25 Surfactantes Zwitteriônicos podem ser
geralmente descritos como derivados de amins secundárias
ou terciárias, derivados de amins heterocíclicas secundá-
rias e terciárias ou derivados de compostos de amônio qua-
ternário, fósforo quaternário ou sulfônio terciário. Ver
30 U.S. Patent 3,929.678 de Laughlin et al., de 30 de Dezem-
bro de 1975 na coluna 19, linha 38 até a coluna 22, linha
48 (aqui incorporado por referência) para exemplos de sur-
factantes zwitteriônicos.

35 Surfactantes cationicos apropriados
são apresentados na U.S. Patent 4.259.217 de Murphy, de 31

26 JUN 1997

1 de Março de 1981, aqui incorporado por referência.

Os sabões de metais alcalinos que são úteis, incluem sais de sódio, potássio, amónio e alquil-
5 amónio, de ácidos gordos contendo de cerca de 8 a cerca de 24 átomos de carbono, preferivelmente de cerca de 10 a cerca de 20 átomos de carbono.

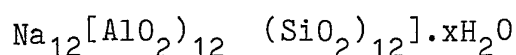
As composições detergentes de lavandaria da presente invenção pode opcionalmente compreender
10 activadores detergentes inorgânicos ou orgânicos para ajudar no controle da resistência do mineral. Tais activadores compreenderão, tipicamente, acima de cerca de 60 % por peso das composições. As formulações líquidas compreendem
15 geralmente de cerca de 1 % a cerca de 25 % por peso dos activadores de ligantes mais preferivelmente de cerca de 3% a cerca de 20 % por peso, enquanto que as formulações granulares compreendem geralmente de cerca de 5 % a cerca de 50 % por peso do activador detergente, mais preferivelmente de cerca de 10 % a cerca de 30 % por peso.

20 Na literatura, são conhecidos uma grande variedade de activadores detergentes e não se pretende reproduzir aqui uma lista completa de tais materiais. O formulador pode referir-se por exemplo à U.S. Patent
25 4.711.730 no princípio da coluna 19, para uma lista típica de tais materiais. Contudo, a conveniência do formulador, e não como limitação, alguns activadores detergentes apropriados representativos são listados em seguida.

Os activadores detergentes apropriados incluem materiais de troca de iões de cristalino aluminosilicatos, geralmente referido como "Zeolito A", "Zeolito
30 P" e "Zeolito X", especialmente os zeolitos com uma dimensão de partícula de cerca de 0,1 a cerca de 10 microns. Os zeolitos, óptimos para fins activadores possuem uma taxa de troca de iões de cálcio de pelo menos cerca de 4 unidades/galão/minuto/grama/galão. São também utilizados alumi-
35

26 JUN 1992

no-silicatos especialmente aqueles com uma taxa de troca de iões de magnésio de pelo menos cerca de 1 unidade/galão/minuto/grama/galão. Um método para produzir materiais de troca iónica de alumino-silicato é apresentado na U.S. Patent 3.985.669. Um alumino-silicato hidratado, especialmente preferido tem a fórmula:



em que x é de cerca de 20 a cerca de 30, especialmente 28.

Outros activadores detergentes incluem fosfatos, polifosfatos, fosfonatos, carbonatos, silicatos, acetatos, polihidroxissulfonatos, e especialmente policarboxilatos de metais alcalinos (ou amónio), solúveis em água. Vários activadores de policarboxilato são apresentados na U.S. Patent 3.308.495. Exemplos específicos de activadores de policarboxilatos preferidos para este uso são o oxi-di-succinatos (aka "oxo-di-succinatos"), o tartarato mono e di-succinatos.

As composições detergentes de lavandaria podem também incluir opcionalmente agentes de remoção de sujidade de terra e/ou antiredeposição e tais materiais são usualmente enpregues numa variação de cerca de 0,1 % a cerca de 10 % por peso das composições. Tais materiais incluem várias aminas etoxiladas e similares, referidas na U.S. Patent 4.711.730. Outro grupo de agentes de remoção de sujidade de terra e/ou antiredeposição são compostos catiónicos descritos na European Patent Application 11.965 de 27 de Junho de 1984. Tais materiais também são descritos em grande detalhe na U.S. Patent 4.711.730 acima citada.

Outros ingredientes opcionais que podem ser incluídos em composições detergentes de lavandaria

25 JUN 1992

1 da presente invenção nos seus níveis estabelecidos pela arte
convencional para uso (ie.; de cerca de 0 % a cerca de 20%
por peso) incluem solventes, agentes branqueadores, acti-
vadores de branqueamento, inibidores de corrosão, tintas,
5 aditivos, clareadores, germicidas, agentes reguladores
de pH, enzimas, estabilizadores de enzimas, perfumes, e
similares. A inclusão de tais ingredientes opcionais em
composições detergentes formuladoras na íntegra é uma ques-
tão de critério, segundo os objectivos do formulador.

10 As composições detergentes granulares
que incorporam os A.L.S na presente invenção podem ser
formadas em misturação a seco dos ALS em composições forma-
das por outras técnicas convencionais, i.e.: por empasta-
mento dos outros componentes individuais, em água e depois
15 atomizando a pulverizando a seco a mistura resultante, ou
por granulação de tambor ou panela dos ingredientes, ou
por processos de leite fluído.

20 As formulações líquidas podem estar
na forma de composições de fase única (preferida) ou podem
ser em multifase ou forma de "dispersor". As dispersões
empregam convencionalmente modificadores de viscosidade para
produzir sistemas com características de cisalhamento plás-
tico para manter estáveis as dispersões e apra prevenir a
25 separação de fase ou deposição de sólidos.

30 Enquanto as composições detergentes de
lavandaria da presente invenção são operativas dentro de
uma grande variação de pH de lavagem, são particualrmente
apropriadas quando formuladas em líquidos, para proporcio-
nar um pH de lavagem quase neutro, i.e.: um pH inicial de
cerca de 6,0 a cerca de 8,5 a concentrações de cerca de
0,1 % a cerca de 2% por peso em água a 20°C. O pH quase
neutro de tais formulações é também desejável para assegu-
rar a estabilidade dos ALS a longo prazo. O pH do produto,
35 em tais formulações, é preferivelmente de cerca de 6,5 a

126 JUN 1992

1 cerca de 8,5, e mais preferivelmente de cerca de 7,0 a cerca de 8,0.

5 O que se segue ilustra incorporações específicas de composições detergentes de lavanderia que empregam os ALS da presente invenção, mas não pretendendo ser limitativo.

Exemplo XII

10 Uma composição detergente líquida contém

<u>Ingrediente</u>	<u>Peso %</u>
ALS [*]	1,0
15 Sulfato de sódio C ₁₂ alquiletoxi (1)	9,5
Álcool polietoxilado C ₁₂ -C ₁₃	10,2
20 N-metil glucamida C ₁₂ -C ₁₄	7,5
Etanol	5,5
Tetra acetato de sódio etilenodiamina	0,3
25 Residuais e H ₂ O	Restante

* ALS, Exemplo I, em cima.

Exemplo XIII

30 Uma composição detergente granular, contém

<u>Ingrediente</u>	<u>Peso %</u>
35 ALS [*]	3,5

22 JUN 1992

1 Exemplo XIII (Cont.)

	<u>Ingrediente</u>	<u>Peso %</u>
5	Álcool polietoxilado C ₁₂ -C ₁₃	10,0
	MgSO ₄	1,0
	Zeolito 4A hidratado (1-10 micron)	26,0
10	Na ₂ CO ₃	18,3
	NaHCO ₃	15,0
	Maxatase MP (protease)	1,5
	Branqueador	1,2
15	Água e Residuais até	100

* ALS, Exemplo II, em cima, envolvido em polietileno glicol com P.M. médio de 8.000.

20 A composição do Exemplo XIII é preparada utilizando-se métodos de mesclagem padrão para incorporar os ALS.

25 Como pode ser verificado a partir do precedente, os ALS da presente invenção podem ser empregues desde em composições de lavandaria e amaciadoras do tipo familiar a composições de fabrico ao cuidado de formuladores. Como alternativa, os ALS podem, por exemplo, ser directamente adicionados a banhos de enxaguamento em lavagens aquosas, em associação com tecidos. Ainda como

30 outra alternativa, os ALS podem ser remivelmente afixados ao substrato de folha, ou similar, designado para o uso em secadores de roupa automáticos. Tais substratos de folha podem ter, adicionalmente, remivelmente afixado vários amaciadores de tecidos e/ou agentes antiestáticos dos tipos

35

CE 6 JUN. 1992

1 bem conhecidos na prática comercial. Na prática, os tecidos
humedecidos são tecidos com os substratos de folha provo-
cando assim a transferência dos ALS, e dos amaciadores de
5 tecidos opcionais/agentes antiestáticos, se presentes, do
substrato de folha para as superfícies do tecido. Estes e
outros métodos de aplicação de ALS em tecidos são também
aqui contemplados.

10 Enquanto que os Exemplos precedentes
ilustram os ALS revestidos preferidos, o que se segue ilus-
tra os ALS não revestidos opcionais também abrangidos por
esta invenção.

15 Estimuliza-se que os ALS não revesti-
dos podem ser utilizados em formulações de lavanderia
como acima mencionado.

Exemplo XIV

20 Síntese de um Oligômero não Reves-
tido de Teraftalato de Dimetilo, Poli(Etileno Glicol)
(PM = 1450), Etileno Glicol e propileno Glicol (com
E/P = 2,2) - A um frasco de 250 ml de três gargalos, fin-
do redondo, equipado com uma barra de agitação magnética
cabeça Claisen modificada, condensados (preparado para
destilação) termômetro, e controlador de temperatura
25 (THERM-O-WATCH I²R), é adicionado poli(etileno glicol) de
PM1450 (Union Carbide, 93,3 g, 0,064 mol) dimetil terafta-
lato (25,0 g, 0,129 mol), etileno glicol (Baker, 16,0 g,
0,258 mol), 1,2-propileno glicol (Fisher, 19, g, 0,258
mol), e óxido de monobutiltin (M&T Chemicals, 0,27 g,
30 0,2 % do peso da reação total). Esta mistura é aquecida
até 180°C e mantida nesta temperatura de um dia para o
outro sob atracção de agónio assim como metanol e água
destilada do recipiente de reação. Um ¹³C-NMR(DMSO-d₆)
apresenta este nível de reação a ser completa pelo desa-
parecimento da ressonância dos ésteres de metilo a -52
35 ppm. O material é transferido para um frasco de 500 ml

CP 6 JUN 1992

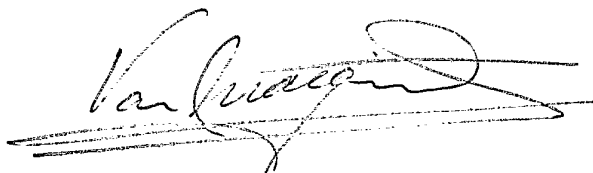
1 de gargalo único e de fundo redondo e gradualmente aquecido
durante cerca de 20 minutos até 240°C num aparelho de
Kugelrohr (Aldrich) até cerca de 1 mm Hg e assim mantido
5 por 40 minutos. Deixa-se, então, arrefecer o frasco rapi-
damente sob vácuo, até atingir a temperatura ambiente (~30
minutos). A reacção dá 94,8 g, de sólido macio cor de la-
ranja. Um ^{13}C -NMR(DMSO- d_6) apresenta uma ressonância de
-C(O)OCH $_2$ CH $_2$ OC(O)- de 63,2 ppm (diéster) uma ressonância
10 de -C(O)OCH $_2$ CH $_2$ OH de 59,4 ppm (monoéster) e um grande
pico de 69,8 que representa unidades poli(oxietileno).
A taxa de altura do pico diéster até à altura do pico mono-
éster é cerca de 5,8. A concentração apreciável de grupos
terminais, consistindo em monoésteres de etileno glicol,
15 mostra que o produto é um polímero de baixo peso molecu-
lar (2). Picos na região 1.1-1.3 ppm mostram que estão
presentes monoésteres de propilenoglicol, num nível apre-
ciável. É medida a taxa da área do pico dos grupos meti-
leno de diésteres de etileno glicol a 4,7 ppm à área do
20 pico do grupo metilo dos diésteres de propileno glicol a
~1.4 ppm. A partir disto a razão molar de etileno/pro-
pileno glicol (razão E/P) incorporado é calculada em 2,2:
:1. A solubilidade é testada pesando uma pequena quanti-
dade de material num frasco, adicionando água destilada su-
ficiente para fazer uma solução 5 % por peso, e agitando
25 o frasco vigorosamente. O material é solúvel sob estas
condições. Como pode ser verificado pelo precedente, uma
grande variedade de composições amaciadoras de tecidos e
composições detergentes de lavanderia pode ser preparada
utilizando-se ALS. De facto, os amaciadores de tecidos lí-
quidos modernos, estão correntemente sendo fornecidos como
30 concentrados (5X-6X) líquidos (H $_2$ O) elevados que estão de-
signados a serem diluídos com água, pelo consumidor, em
casa. Assim, a concentração dos ingredientes do Exemplo
XI, acima mencionado, pode ser essencialmente duplicado
35

1 para proporcionar tais concentrados elevados. Assim, as
composições compreendendo de cerca de 10 % a cerca de 30%
por peso do amaciador de tecidos catiónico (ex: DTDMAC),
5 de cerca de 4 % a cerca de 20 % por peso do amaciador de
tecidos imidazolínio e de cerca de 1 % a cerca de 5 % por
peso dos als ser também abrangidos por esta invenção.

Em relação a composições detergentes
de lavandaria, as composições altamente preferidas compre-
10 endem de cerca de 0,3 % a cerca de 3 % por peso dos ALS e,
como o surfactante deterativo de cerca de 3 % a cerca de
20 % por peso de um ácido gordo de surfactante polihidro-
xiamida (ver U.S. Patent 2.965.576, correspondendo a GB
809.060 acima citada, aqui incorporada por referência),
15 preferivelmente em combinação com cerca de 5 % a cerca de
25 % por peso de um surfactante sulfatado ou sulfonatado
aniónico tal como o alquil-benzeno-sulfonatos $C_{12}-C_{18}$,
sulfonatos alquil-etoxi $C_{12}-C_{18}$ (media EO 3-10; preferi-
do) junto com quantias convencionais (15 %-50 %) de acti-
20 vadores convencionais, incluído os activadores preferidos
como o Zeolito A, composições compreendendo ingredientes
detergentes convencionais a níveis convencionais.

25 Lisboa 26 JUN 1992

Por, THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

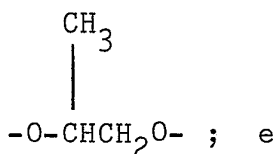
30 
VASCO MARQUES LEITE
Agente Oficial
da Propriedade Industrial
35 Cartório - Arco da Conceição, 3, 1.º - 1100 Lisboa

26 JUN 1992

= R E I V I N D I C A Ç Õ E S =

1ª - Agentes libertadores de sujidade que compreendem o produto oligomérico de esterificação de uma reacção mista caracterizados por possuírem:

- a) Opcionalmente, uma fonte de C_1-C_4 de unidades de polietoxi de alcoxi-terminado) ou, opcionalmente, misturas das referidas unidades de polietoxi-terminado que incorporam pequenas quantidades das unidades de peroxi;
- b) uma fonte de unidades de teraftaloilo ou, opcionalmente, misturas de teraftaloilo e pequenas quantidades de unidades de isoftaloilo;
- c) uma fonte de unidades de poli(oxietileno) oxi- $(OCH_2CH_2)_4-O-$;
- d) uma fonte de unidades de oxi-isopropilenoxi



- e) uma fonte de unidades de oxi-etileno-oxi- $-OCH_2CH_2O-$; sendo ainda os referidos agentes libertadores de sujidade caracterizados por a razão molar de unidades de oxi-etilenoxi: unidades de oxi-isopropilenoxi ser pelo menos p,5:1.

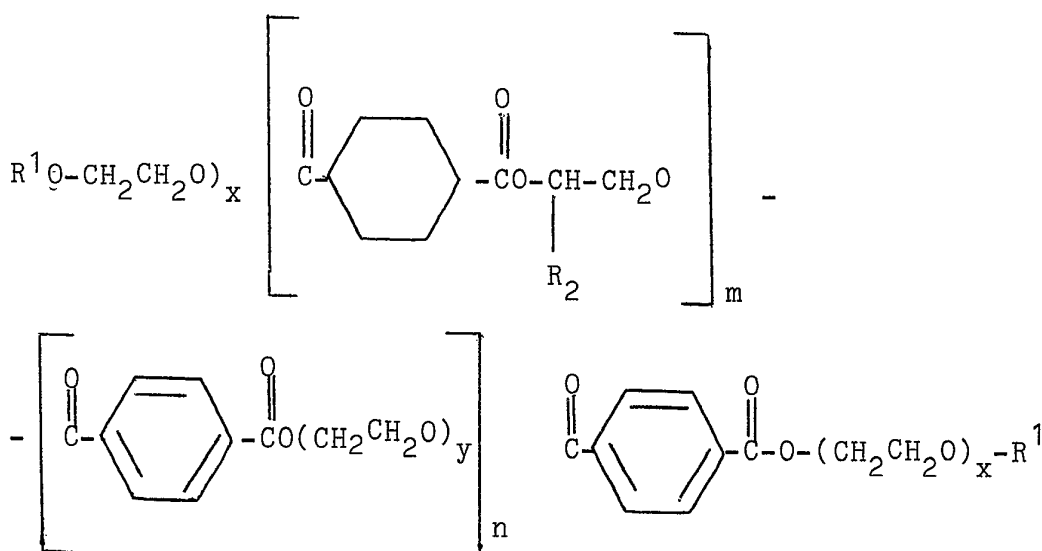
Adm. 8
26 JUN 1992

2^a - Agentes libertadores de sujidade de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por compreender:

- a) $\text{CH}_3(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{16}\text{OH}$;
- b) teraftalato de dimetilo;
- c) polietileno glicol 1500
- d) 1,2-propileno glicol; e
- e) etileno glicol;

em que a razão molar de oxi-etilenoxi: unidades de oxi-isopropilenoxi é pelo menos de 0,5:1.

3^a - Agentes libertadores de sujidade de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por possuir a seguinte fórmula geral:



em que R^1 é alquilo inferior (ex: C_1 - C_4), especialmente metilo; x e y é cada um, um número inteiro de 6 a 100; m é um número inteiro de 0,75 a 30; n é um número inteiro de 0,25 a 20; e R^2 é uma mistura de H e CH_3 , para

26 JUN 1992

1 proporcionar uma razão molar de oxi-etilenoxi; oxi-isopropilenoxi de pelo menos 0,5:1.

5 4a - Agentes libertadores de sujidade caracterizados por a razão molar das unidades de oxi-etileno: oxi-isopropilenoxi ser pelo menos 0,75:1, preferivelmente de 1,25:1.

10 5a - Método para proporcionar a libertação de sujidade dos tecidos caracterizado por se contactar os referidos tecidos com um meio aquoso contendo pelo menos 2 ppm de agente libertador de sujidade preparado de acordo com a reivindicação 1.

15 6a - Composições de lavandaria sob a forma de detergentes, amaciadores, aditivos de enxaguamento e similares caracterizadas por compreender, pelo menos, 0,1 % do agente libertador de sujidade preparado de acordo com a reivindicação 1.

20 7a - Composição amaciadora de tecidos de acordo com a reivindicação 6, caracterizada por compreender 0,3 % a 3 % em peso do agente libertador de sujidade e 3 % a 25 % em peso de um componente amaciador de tecidos.

25 8a - Composição amaciadora de tecidos, líquida, diluível, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada por compreender:

- 30 a) 10 % a 32 % em peso de um amaciador de tecidos catiónico;
- b) 4 % a 2 % em peso de um amaciador de tecidos de imidazolínio; e
- 35 c) 1 % a 5 % em peso do referido agente libertador de sujidade.

1

9ª - Composição dedetergente de lavandaria de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por compreender agentes tensioactivos deterativos convencionais, activadores opcionais, transportadores opcionais e 0,1 % a 5 % em peso de um agente libertador de sujidade.

5

10

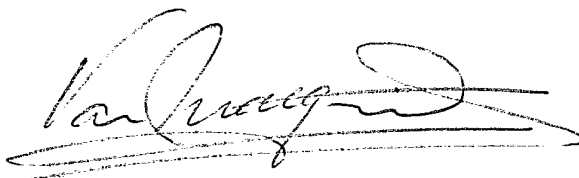
10ª - Composição de acordo com a reivindicação 9, caracterizada por compreender 0,3 % a 3 % em peso do referido agente libertador de sujidade e 3 % a 20 % em peso de um agente tensioactivo poli-hidroxiamida de ácido gordo.

15

Lisboa, 26 JUN 1992

Por, THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

20



25

VASCO MARQUES LENTE
Agente Oficial
da Propriedade Industrial
Cartório - Arco da Conceição, 3, 1.º-1160 Lisboa

30

35