



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

(11) PI 0509320-1 B1



* B R P I 0 5 0 9 3 2 0 B 1 *

(22) Data de Depósito: 22/03/2005

(45) Data da Concessão: 11/08/2015
(RPI 2327)

(54) Título: COMPOSIÇÕES DE ÉSTER QUAT CONCENTRADAS FACILMENTE DISPERSÍVEIS

(51) Int.Cl.: C11D1/62; C11D3/00; C11D3/30; C11D3/43

(30) Prioridade Unionista: 29/03/2004 EP 04007510.3

(73) Titular(es): Clariant Produkte (Deutschland) Gmbh

(72) Inventor(es): César Morales, George Nunes, Gustavo Kume, Manlio Gallotti

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"COMPOSIÇÕES DE ÉSTER QUAT CONCENTRADAS FACILMENTE DISPERSÍVEIS"**.

A presente invenção refere-se a uma composição de éster quat
5 que é usada para produção de amaciantes de tecido em temperaturas mais baixas em comparação com processo convencional.

É bem-conhecido o fato de têxteis que foram lavados em processos automáticos ou manuais e particularmente aqueles feitos de fibras de celulose apresentarem um toque muito desagradável após a secagem. Esta
10 sensação de dureza indesejada pode ser superada por tratamento das roupas após a lavagem em um banho de enxágüe com compostos catiônicos que contêm dois radicais alifáticos longos na estrutura.

Com base nesse pensamento, amaciantes de tecidos comerciais usuais disponíveis no mercado são ainda basicamente compostos por uma
15 dispersão de substâncias catiônicas dialquílicas, a maior parte das quais sais de dialquil dimetil amônio e diéster quats de trietanolamina, dietanolamina ou glicerina.

A dispersão de compostos catiônicos, principalmente aqueles adequados para aplicação em amaciantes de tecido, é uma tarefa árdua a
20 ser alcançada em uma temperatura próxima a ambiente, devido a solubilidade/dispersibilidade deficiente desta matéria-prima em água fria.

A presente invenção descreve uma nova opção para trabalhar com éster quats na produção de amaciantes de tecido, basicamente consistindo em uma composição de éster quat altamente concentrada dispersível
25 em água em temperaturas de cerca de 35°C.

Devido a sua bem-conhecida instabilidade a reação de hidrólise, éster quats são raramente formulados como produtos concentrados na presença de água, especialmente quando a composição resultante é submetida a estocagem antes da aplicação final. Entretanto, na presente patente, todas
30 as vantagens da associação de água/éster quat, que promove a fácil dispersibilidade da mistura final, pode ser explorada, já que hidrólise é particularmente mantida sob controle pela presença de um modificador de pH

selecionado.

Em geral, éster quats apresentam problemas referentes a produção de amaciantes viscosos, obrigando o uso de espessantes para obtenção de alta viscosidade no produto final. Um aumento significativo na viscosidade das formulações de amaciantes é outra vantagem interessante que resulta da dispersão em temperaturas mais baixas da composição aqui descrita, o que permite uma redução expressiva ou mesmo a remoção completa dos espessantes das formulações finais. Esta característica é especialmente importante para alguns países, mais freqüentemente na América Latina e Ásia, onde consumidores ainda relacionam a qualidade de um produto a sua alta viscosidade.

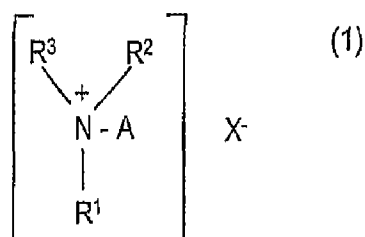
Um concentrado de éster quat, com teor de ativo de 75 - 95%, e etanol e/ou glicóis completando 100% é reivindicado na EP 0 902 008. Nessa patente, uma formulação final de cosmético, especificamente preparada a partir do concentrado, é também reivindicada, mas por ser um produto final, a quantidade mínima de água necessária está acima do máximo tolerado na presente invenção, e a adição de qualquer outro aditivo para manter a hidrólise sob controle não é mencionada. Na US 5 811 385 são descritas soluções aquosas concentradas de éster quat adequadas para preparar detergentes para lavanderia e cosméticos. Não estão presentes solventes orgânicos nestas soluções aquosas concentradas. US 2003 158 068 descreve composições de condicionamento de tecido baseadas em éster quats, com um teor máximo de ativo total de 25%. Nesse documento, um ácido graxo insaturado está sempre presente como um estabilizador de viscosidade. Composições aquosas finais de amaciante com concentração máxima de éster quat de 30% são também reivindicadas na EP 0 669 391. A invenção aqui descrita refere-se a uma composição de éster quat altamente concentrada, com pelo menos 50% de matéria ativa, indicada como matéria-prima, para fácil produção de amaciantes de tecido comerciais, em temperaturas reduzidas.

A finalidade desta invenção é prover composições de esterquart que contêm água e assim podem ser facilmente diluídas mesmo em tempe-

raturas mais baixas. Ao mesmo tempo, a influência prejudicial da água causando a hidrólise do éster quat é minimizada pela adição de um, assim chamado, modificador de pH.

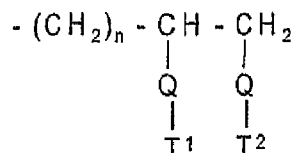
A invenção refere-se a uma composição de éster quat consistindo essencialmente em

a) pelo menos 50% em peso de um composto éster quat de fórmula 1



em que:

A é um grupo das fórmulas $-(\text{CH}_2)_n\text{-Q-T}^1$ ou



Q é selecionado entre $-\text{O-C(O)}-$, $-\text{C(O)-O}-$;

R^1 é $(\text{CH}_2)_n\text{-Q-T}^2$ ou T^3 ou R^3 ;

R^2 é $(\text{CH}_2)_m\text{-Q-T}^4$ ou T^5 ou R^3 ;

R^3 é H, $\text{C}_1\text{-C}_6$ alquila, $\text{C}_2\text{-C}_6$ alquenila ou $\text{C}_1\text{-C}_6$ hidroxialquila;

T^1 , T^2 , T^3 , T^4 , T^5 , são independentemente $\text{C}_8\text{-C}_{22}$ -alquila ou

$\text{C}_8\text{-C}_{22}$ -alquenila;

n e m são inteiros de 1 a 6; e

X é um ânion, como cloreto, brometo, iodeto, fluoreto, sulfato, metilsulfato, hidrogenossulfato, carbonato, hidrogenocarbonato, fosfato, mono- e dihidrogenofosfato pirofosfato, metafosfato, nitrato, fosfonato, metilfosfonato, metanodissulfonato, metilsulfonato, etilsulfonato, e outros ânions que são compatíveis com o amaciante.

b) um solvente orgânico,

c) água e

d) um modificador de pH

Compostos éster quat preferidos de fórmula 1 são aqueles em que:

Q é -O-C(O)-;

5 R¹ é (CH₂)_n-Q-T² ou T³;

R² é (CH₂)_m-Q-T⁴ ou T⁵ ou R³;

R³ é C₁-C₆ alquila, especialmente metila, C₂-C₆ alquenila ou C₁-C₆ hidroxialquila, especialmente hidroxietila;

10 T¹, T², T³, T⁴, T⁵, são independentemente C₈-C₂₂-alquila ou C₈-C₂₂-alquenila;

n e m são 1 ou 2.

Compostos éster quats mais preferidos são trietanolamina-diéster quats e dietanolamina-diéster quats, o que significa compostos de fórmula 1 em que A, R¹ e R² são um grupo de fórmula -CH₂CH₂OCO-T¹, R²,
15 além disso, pode ser um grupo R³, R² e R³ sendo independentemente selecionados, R³ e X sendo como definido sob a fórmula 1. Todos os compostos éster quat mencionados podem conter qualquer tipo de ânion, que seja compatível com o éster quat, os preferidos sendo cloreto, brometo, acetato, lactato, sulfato, hidrogenossulfato ou metilsulfato.

20 A composição reivindicada pode conter estes compostos catiônicos em uma quantidade de 50 a 90%, mais precisamente de 65 a 75% em peso da composição total.

b) um solvente orgânico

Em princípio, solventes orgânicos adequados são quaisquer al-
25 coóis de baixo peso molecular, mono - ou polihídricos. 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 desses alcoóis. Outros solventes preferidos são polietileno glicóis tendo uma massa molecular relativa inferior a 2000. Em particular, o uso de polietileno glicol tendo uma massa molecular relativa entre 200 e 600 e em quanti-
30 dades de até 30% em peso, e de polietileno glicol tendo uma massa molecular relativa entre 400 e 600 em quantidades de 5 a 30% em peso é preferido.

Também podem ser usados éteres de alquila inferior de etilenoglicol, propilenoglicol, polietilenoglicol e polipropilenoglicol. Outros solventes adequados são, por exemplo, triacetin (triacetato de glicerol), 1-metóxi-2-propanol, hexilenoglicol.

5 A composição reivindicada pode conter estes solventes orgânicos ou mesmo uma mistura dos mesmos em uma quantidade de 5 a 30%, mais precisamente de 15 a 25% em peso da composição total.

c) água

10 Na presente invenção, sua presença no concentrado é essencial para a boa dispersibilidade em baixas temperaturas. Assim, água está presente em uma quantidade de 5 a 20%, mais precisamente de 7 a 15% em peso da composição total.

d) um modificador de pH

15 Quando são usados éster quats como compostos catiônicos, a presença de água no concentrado é um problema real, já que as ligações éster são quebradas no processo de hidrólise. O melhor modo de evitar isso é usando uma dosagem controlada de um modificador de pH para aumentar o pH e, assim, tornar a hidrólise significativamente mais lenta.

20 Os modificadores de pH especialmente indicados para a presente composição são compostos amínicos, especialmente aqueles selecionados no grupo de trietanolamina, monoetanolamina, etilenodiamina, dialquiaminas, dialquil metil aminas, alquilaminas etoxiladas e aminometil propanol.

A composição reivindicada pode conter um modificador de pH em uma quantidade de 0,1 a 3% em peso da composição total.

25 Dependendo do uso pretendido, as composições de acordo com a invenção compreendem, além dos compostos mencionados, aditivos e auxiliares que são usuais e específicos em cada caso como, por exemplo, eletrólitos, perfumes, portadores de perfumes, colorantes, hidrótropos, agentes antiespumantes, agentes poliméricos ou outros espessantes, opacificantes e agentes anti-corrosão.

30 As composições de acordo com a invenção são notáveis por sua boa estabilidade em estocagem e por permitir uma produção de amaciantes

de tecidos por diluição com água em temperaturas próximas a do ambiente.

As composições de acordo com a presente invenção podem ser feitas por fusão do composto éster quat e adição do solvente orgânico ao éster quat fundido. Água e modificador de pH são misturados separadamente e esta mistura é adicionada à mistura do éster quat e do solvente orgânico, mistura essa que tinha sido resfriada a aproximadamente 40 a 50°C.

Exemplos

1) Estabilidade hidrolítica de composições concentradas de éster quat facilmente dispersíveis

A tabela abaixo mostra os benefícios da presença de um modificador de pH selecionado na hidrólise do concentrado de éster quat. O teste foi realizado a 35°C, que é uma das temperaturas indicadas para a dispersão do produto.

Aumento percentual do valor de ácido durante o teste de estocagem a 35°C.

	após 1 semana	após 2 semanas	após 3 semanas	após 4 semanas
Concentrado de éster quat sem modificador de pH	31,1%	39,0%	48,0%	60,7%
Concentrado de esterquar com modificador de pH	1,3%	1,3%	3,4%	13,9%

O éster quat usado neste teste foi metilsulfato de C₁₆-C₁₈- dialcanoiloxietil- hidroxietil-metil-amônio em isopropanol (90% a.m.). O modificador de pH foi trietanolamina (99%).

Pela tabela, fica claro que o modificador de pH desempenha um papel definitivo na manutenção da hidrólise sob controle durante a estocagem, principalmente em temperaturas mais altas.

2) Composição do concentrado (% em peso)

A) 80,00 metilsulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxietil-metil-amônio em isopropanol (90% a.m.) (Praepagen® TQ)

B) 10,00 isopropanol (99,5%)

C) 0,72 trietanolamina (99%)

D) 9,28 água

Procedimento:

5 I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (aproximadamente 50°C), sob agitação.

II. Adição de B, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 40°C (mistura 1).

III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

10 IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 40°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

3) Composição do concentrado (% em peso)

A) 80,00 metilsulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxietyl-metil-amônio em etanol (85% a.m.) (Praepagen® TQL-E)

15 B) 10,00 etanol

C) 0,68 trietanolamina (99%)

D) 9,32 água

Procedimento:

20 I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (aproximadamente 60°C), sob agitação

II. Adição de B, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 50°C (mistura 1).

III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

25 IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 50°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

4) Composição do concentrado (% em peso)

A) 0,00 trissulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxietyl-metil-amônio em isopropanol (85% a.m.) (Praepagen® TQL)

30 B) 0,00 isopropanol

C) 0,68 trietanolamina (99%)

D) 9,32 água

Procedimento:

I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (aproximadamente 60°C), sob agitação

5 II. Adição, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 50°C (mistura 1).

III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 50°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

10 5) Composição do concentrado (% em peso)

A) 80,00 metilsulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxietyl-metil-amônio em isopropanol (90% a.m.) (Praepagen® TQ)

B) 15,00 isopropanol

C) 0,72 trietanolamina (99%)

15 D) 4,32 água

Procedimento:

I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (aproximadamente 50°C), sob agitação

20 II. Adição de B, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 40°C (mistura 1).

III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 40°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

25 6) Composição do concentrado (% em peso)

A) 80,00 metilsulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxietyl-metil-amônio em isopropanol (90% a.m.) (Praepagen® TQ)

B) 15,00 isopropanol

C) 0,72 aminometil propanol

30 D) 4,32 água

Procedimento:

I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (a-

proximadamente 50°C), sob agitação

II. Adição de B, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 40°C (mistura 1).

5 III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 40°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

7) Composição do concentrado (% em peso)

10 A) 80,00 metilsulfato de C₁₆-C₁₈-dialcanoiloxietil-hidroxi-
em etanol (90% a.m.) (Praepagen® TQ-E)

B) 10,00 etanol (99,5%)

C) 0,72 trietanolamina (99%)

D) 9,28 água

Procedimento:

15 I. Aquecimento de A para obtenção de um material fundido (aproximadamente 50°C), sob agitação

II. Adição de B, sob agitação, e resfriamento a aproximadamente 40°C (mistura 1).

20 III. Mistura, em um recipiente separado, de C e D em temperatura ambiente (mistura 2).

IV. Adição da mistura 2 na mistura 1, sob agitação a 40°C.

V. Agitação por aproximadamente 5 minutos.

8) Formulações de amaciante

25 A tabela abaixo mostra alguns resultados comparativos de viscosidade entre amaciantes preparados com um éster quat (Praepagen TQ), normalmente disponíveis no mercado, e com o concentrado de éster quat de acordo com a presente invenção.

	3,5% a.m. sem espessante	3,5% a.m. com 1% de espessante	7,0% a.m. sem espessante
Éster quat (Praepagen TQ) (Procedimento 1)	5	215	105
Concentrado de éster quat (Procedimento 2)	230	685	830

Viscosidade (cP) - Brookfield DV-II, 20 rpm, 25°C, rotor 3.

O espessante usado no exemplo acima foi um amido de milho modificado.

Procedimentos:

5 Procedimento 1 - Processo a quente usando éster quat convencional (Praepagen TQ):

A) Fusão do éster quat (Praepagen TQ) em aproximadamente 65°C.

10 B) Mistura da água e do espessante (quando presente) e aquecimento a aproximadamente 70°C

C) Adição do éster quat (Praepagen TQ) à água (ou mistura com espessante), sob agitação.

D) Agitação por 45 minutos sob resfriamento.

Procedimento 2 - processo com temperaturas reduzidas

15 A) Fusão do concentrado de éster quat a aproximadamente 35°C

B) Mistura da água e do espessante (quando presente) a temperatura ambiente

C) Adição do concentrado de éster quat (à água (ou mistura com espessante), sob agitação

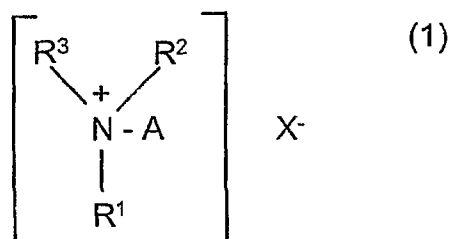
20 D) Agitação por 30 minutos.

É evidente pelos dados de viscosidade fornecidos acima que um concentrado de éster quat de acordo com a presente invenção aumenta significativamente a viscosidade da composição de amaciante final quando comparado com um éster quat convencional.

REIVINDICAÇÕES

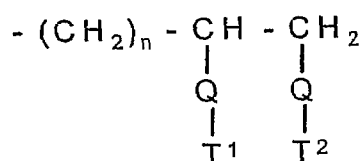
1. Composição de éster quat, caracterizada pelo fato de que consiste essencialmente em

5 a) pelo menos 50% em peso de um composto éster quat de fórmula 1



em que:

A é um grupo das fórmulas $-(CH_2)_n-Q-T^1$ ou



Q é $-O-C(O)-$, $-C(O)-O-$;

R^1 é $(CH_2)_n-Q-T^2$ ou T^3 ou R^3 ;

10 R^2 é $(CH_2)_m-Q-T^4$ ou T^5 ou R^3 ;

R^3 é H, C_1-C_6 alquila, C_2-C_6 alquenila ou C_1-C_6 hidroxialquila;

T^1, T^2, T^3, T^4, T^5 , são independentemente C_8-C_{22} -alquila ou

C_8-C_{22} -alquenila;

n e m são inteiros de 1 a 6; e

15 X é um ânion,

b) um solvente orgânico,

c) água e

d) trietanolamina, monoetanolamina, etilenodiamina, dialquilaminas, dialquilmetilaminas, alquilaminas etoxiladas ou metil propanol alquilami-

20 na.

2. Composição de éster quat concentrada de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que na fórmula 1

Q é $-O-C(O)-$;

R^1 é $(CH_2)_n-Q-T^2$ ou T^3 ;

R^2 é $(CH_2)_m-Q-T^4$ ou T^5 ou R^3 ;

R^3 é C_1-C_2 alquila, ou C_1-C_6 hidroxialquila;

T^1, T^2, T^3, T^4, T^5 , são independentemente C_8-C_{22} -alquila ou

5 C_8-C_{22} -alquenila;

n e m são 1 ou 2.

3. Composição de éster quat concentrada de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que dois ou mais tipos diferentes dos compostos éster quat de fórmula 1, definidos na reivindicação 1 estão presentes.

4. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que o composto éster quat é um composto de fórmula 1 em que AR^1 e R^2 são um grupo de fórmula $-CH_2CH_2OCO-T^1$, R^2 adicionalmente pode ser um grupo R^3 , R^2 e R^3 sendo independentemente selecionados, R^3 e X sendo como definido sob a fórmula 1.

5. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizada pelo fato de que o composto éster quat está presente em uma quantidade de 50 a 90%, preferivelmente de 65 a 75% em peso da composição total.

6. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizada pelo fato de que o solvente orgânico é selecionado no grupo de alcoóis de cadeia curta, preferivelmente metanol, etanol, propanol, isopropano ou uma mistura dos mesmos.

7. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de que o solvente orgânico, ou uma mistura de solventes orgânicos está presente em uma quantidade de 5 a 30%, preferivelmente de 15 a 25% em peso da composição total.

8. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizada pelo fato de que água está presente em uma quantidade de 5 a 20%, preferivelmente de 7 a 15% em

peso da composição total.

9. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizada pelo fato de que o modificador de pH está presente em uma quantidade de 0,1 a 3% em peso da
5 composição total.

10. Composição de éster quat concentrada de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizada pelo fato de que contém adicionalmente quaisquer outros aditivos ou auxiliares.

RESUMO

Patente de Invenção: **"COMPOSIÇÕES DE ÉSTER QUAT CONCENTRADAS FACILMENTE DISPERSÍVEIS"**.

A presente invenção refere-se a um concentrado de éster quat
5 adequado para produção de amaciantes de tecido em temperaturas mais
baixas, compreendendo: a) um composto éster quat; b) um solvente orgânico;
c) água; d) um modificador de pH. Embora a presença de água em um
concentrado de éster quat seja geralmente evitada devido a bem-conhecida
instabilidade do último à reação de hidrólise, na presente invenção água é
10 essencial à dispersibilidade em temperaturas mais baixas, que leva a consequentemente a um aumento significativo na viscosidade do produto final,
Uma maneira de resolver este problema é mantendo a hidrólise sob controle
pela adição de um modificador de pH selecionado.