



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO  
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE  
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA NUMERO	102006901467725
Data Deposito	17/11/2006
Data Pubblicazione	17/05/2008

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	B		

Titolo

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DI GUAR CATIONICO GLIOSSALATO.
---

17 NOV.2006

Descrizione dell'invenzione industriale dal titolo:

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DI GUAR CATIONICO  
GLIOSSALATO

Titolare:

5 LAMBERTI SpA - Albizzate (VA)

Depositata il con il N°

La presente invenzione è relativa ad un procedimento per la  
preparazione di guar cationico purificato gliossalato solubile a pH  
basico, adatto all'utilizzo nel settore cosmetico e nei prodotti per  
10 la detergenza domestica.

Il guar cationico ottenuto mediante il procedimento  
dell'invenzione ha la proprietà tecnologicamente utile di  
sciogliersi in acqua solamente a pH basico e quindi di sviluppare  
viscosità solo nella soluzione acquosa a pH maggiore di 7;  
15 inoltre esso presenta un grado di purezza che lo rende idoneo  
all'utilizzo nel settore cosmetico.

SETTORE DELL'INVENZIONE

I polisaccaridi cationici sono dei derivati di origine naturale molto  
utilizzati come additivi industriali, in quanto possiedono potere  
20 condizionante, cioè migliorano le caratteristiche del substrato a  
cui sono applicati, in genere carta, pelle, capelli o tessuti.

Ciò li rende industrialmente utili per la preparazione di shampoo  
e balsami per capelli, creme e detergenti per la cura della  
persona o della casa e ammorbidenti che conferiscono  
25 morbidezza e caratteristiche antistatiche alle stoffe (si veda ad



17 NOV. 2006

esempio Conditioning Agents for Hair & Skin, Ed. R. Schueller and P. Romanowski, Marcel Dekker Inc, NY, 1999).

Oltre al potere condizionante è inoltre industrialmente utile la capacità di questi polisaccaridi di viscosizzare e regolare la reologia delle soluzioni in cui vengono disciolti.

In particolare, i poligalattomannani cationici, e tra questi i derivati cationici del guar, hanno mostrato ottimi risultati nel migliorare la pettinabilità a secco e ad umido dei capelli lavati con shampoo con essi formulato.

E' noto, che nelle formulazioni cosmetiche, la presenza di composti non espressamente aggiunti e controllati, non previsti e variabili da lotto a lotto, anche se in quantità minime, può creare problemi durante la preparazione del formulato, ad esempio smiscelazioni o variazioni di viscosità.

Inoltre, negli ultimi anni si è posta particolare attenzione alla tossicità delle materie prime che vengono utilizzate per la fabbricazione di prodotti cosmetici. La Direttiva 76/768/CEE e successive modifiche, ad esempio, limita o bandisce la presenza di determinate sostanze nelle materie prime per cosmetica al fine di tutelare la salute del consumatore.

In particolare, la direttiva sopra citata vieta la presenza nei prodotti cosmetici di numerose sostanze, elencate nell'allegato II, e classificate come cancerogene, mutagene o tossiche per la riproduzione, appartenenti alle categorie CMR 1, CMR 2 o CMR 3 secondo la direttiva 67/548/CEE; la presenza di altre sostanze,



17 NOV. 2006

non necessariamente presenti come veri e propri ingredienti, ma anche solo presenti come impurezze derivanti dal processo di produzione delle materie prime, è sottoposta dalla stessa direttiva 76/768/CEE a delle limitazioni di quantità (sostanze  
5 elencate nell'Allegato III).

E' quindi di fondamentale importanza che, per l'utilizzo in formulazioni cosmetiche o in formulazioni che comunque vengono a diretto contatto con la pelle, quali i prodotti per la detergenza domestica, i derivati cationici di guar siano privi il più  
10 possibile di impurezze, sia per aspetti riguardanti la salute del consumatore che per problemi tecnologici legati alla produzione del cosmetico.

Inoltre, per l'utilizzo in formulazioni cosmetiche o in detergenti per la casa che presentano pH maggiore di 7, è essenziale che i  
15 derivati cationici di guar siano in grado di esplicare la loro funzione condizionante e viscosizzante a pH basico.

#### STATO DELL'ARTE.

I derivati cationici di guar sono noti sin dai primi anni '70, quando il loro utilizzo è citato nella produzione di carta  
20 idrorepellente (si veda US 3,589,978).

Le prime applicazioni di derivati cationici di guar in cosmetica risalgono al 1977, quando un derivato cationico di guar viene utilizzato nella preparazione di uno shampoo cosiddetto "due in uno", cioè avente oltre al potere detergente anche

caratteristiche di condizionante dei capelli (si veda US 4,061,602).

Il derivato di guar cationico utilizzato in cosmetica è noto con il nome INCI Guar Hydroxypropyltrimonium Chloride e  
5 chimicamente è guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere cloruro.

La sua sintesi, descritta ad esempio nel citato brevetto US 3,589,978, prevede di far reagire 2,3-epossipropil trimetil ammonio cloruro o 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio  
10 cloruro in presenza di catalizzatori basici (ad esempio soda), sugli ossidrili del guar.

Il reattivo 2,3-epossipropil trimetil ammonio cloruro è classificato come sostanza carcinogena CMR di classe 2; il reattivo 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro, per  
15 quanto meno tossico del corrispondente epossido, è classificato CMR di classe 3 e in ambiente alcalino si converte nel 2,3-eossipropil trimetil ammonio cloruro.

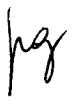
Secondo quanto descritto in US 3,589,978, la reazione può essere condotta in un solvente quale isopropanolo, metanolo,  
20 etanolo e alcol ter-butilico, a temperature tra 30 e 60°C; nell'Esempio A dello stesso brevetto, alla fine della reazione e dopo neutralizzazione dell'eccesso di alcali, il prodotto viene seccato, macinato e lavato con metanolo, nel tentativo di eliminare il reattivo quaternario non reagito.

Nulla è però riportato in US 3,589,978 sui quantitativi residui di reagente cationico (2,3-epossipropil trimetil ammonio cloruro) nel prodotto finale; osserviamo però che il metanolo è esso stesso un prodotto tossico.

- 5 Nel brevetto US 4,031,307 è descritta la preparazione di derivati cationici di guar in un sistema bifasico, mediante reazione di guar in forma solida con un reattivo cationizzante in una miscela di un solvente idrosolubile e acqua che contiene il catalizzatore basico; dopo la reazione, il prodotto ottenuto è
- 10 separato per centrifugazione o per filtrazione e preferibilmente purificato mediante un primo lavaggio con la miscela acqua-solvente utilizzata in fase di sintesi e con un secondo lavaggio con una forma più anidra dello stesso solvente.

- Anche in US 2001051143 si descrive la preparazione di un
- 15 derivato cationico di guar che prevede, alla fine della reazione, un primo lavaggio con isopropanolo acquoso all'85% in peso e un secondo lavaggio con isopropanolo puro; in US 2001051140 si descrive la preparazione di derivato cationico di guar che prevede, alla fine della reazione, due lavaggi con isopropanolo
- 20 acquoso all'85%.

- In tutte queste pubblicazioni non è fatto cenno né al tipo né alla quantità di impurezze presenti nel derivato cationico di guar ottenuto, che entreranno a far parte del prodotto cosmetico finito nel caso si utilizzi il derivato cationico di guar come
- 25 materia prima cosmetica.



17 NOV. 2006

Inoltre, i lavaggi dei derivati cationici di guar effettuati con acqua e solvente, ognuno dei quali necessariamente comporta la rimozione della miscela solvente utilizzata (ad esempio per filtrazione), sono onerosi dal punto di vista economico, a causa  
5 dei tempi, del trattamento dei reflui, dell'abbassamento della resa del processo.

La maggior parte dei derivati cationici di guar attualmente in commercio, per ovviare alla difficoltà e alla onerosità connesse con la purificazione mediante lavaggi con acqua e solvente,  
10 sono prodotti purificati mediante lavaggi con acqua del prodotto reticolato con borati, come descritto ad esempio in CA 2,023,324 in cui in fase di reazione si aggiunge borace; i derivati cationici di guar così ottenuti contengono di conseguenza piccole quantità di boro (guar boraciati).

15 Il ruolo della reticolazione con acido borico è quello di formare, tramite l'anione borato, legami fra le catene polisaccaridiche che rendono il prodotto insolubile in acqua.

Questi legami sono stabili a pH basico, e quindi in tali condizioni il prodotto può essere lavato dai sottoprodotti.

20 In condizioni acide i legami con il borato si annullano, il prodotto si solubilizza e può esplicare le sue proprietà viscosizzanti e condizionanti.

La reazione con i borati è inoltre reversibile al cambiare del pH e quindi anche pre-solubilizzando il prodotto a pH acido e poi  
25 riportandosi in ambiente alcalino è possibile che la viscosità del

pg

formulato cambi nel tempo variando quindi la qualità del prodotto.

Il limite dei derivati cationici di guar boraciati è l'applicabilità esclusiva a prodotti da impiegarsi a pH acido o debolmente  
5 acido, in quanto come detto, i prodotti trattati con borati non sono solubili a pH maggiore di 7.

Inoltre bisogna osservare che i derivati dell'acido borico sono classificati come sostanza reprotossica di categoria CMR 2.

Uno dei settori della cura della casa e della persona in maggiore  
10 espansione è quello delle tinture per capelli, che sono generalmente formulate a pH maggiore di 8 e nel quale quindi non è possibile utilizzare derivati cationici di guar purificati mediante reticolazione con acido borico.

Un altro settore di grande interesse per l'utilizzo di derivati  
15 cationici di guar non boraciati è quello della preparazione di saponi solidi, generalmente aventi pH in soluzione acquosa maggiore di 7,5 e che normalmente contengono dei prodotti ammorbidenti e condizionanti per la pelle.

Ulteriori applicazioni in cui possono trovare utilizzo derivati  
20 cationici di guar non boraciati, riportate a titolo di esempio, sono la preparazione di creme depilatorie e la produzione di detersivi, che sono generalmente a pH basico ed in cui può essere vantaggioso inserire un co-formulante che abbia azione protettiva sulla pelle.



Nel brevetto EP 1,490,408 B1 la Richiedente ha descritto derivati di guar purificati non cationici, contenenti gliossale, solubili a pH basico, aventi elevato potere addensante e utili come additivi per l'industria delle costruzioni.

- 5 Il procedimento di gliossalatura (reticolazione con gliossale) di polimeri naturali contenenti funzioni idrossiliche è noto da tempo: nel brevetto US 3,297,583 si descrive un procedimento per ottenere una rapida dissoluzione in acqua di sostanze macromolecolari contenenti una pluralità di gruppi idrossilici
- 10 mediante trattamento con gliossale e regolazione del pH della soluzione acquosa tra 7 e 10.

US 3,350,386 descrive un metodo per purificare derivati non cationici di guar mediante reazione con gliossale, essiccamento, lavaggio, e ulteriore essiccamento.

- 15 CA 2,063,365 descrive un procedimento per derivatizzare con gliossale il guar e i suoi derivati in forma di splits; gli splits costituiscono il cotiledone del seme di guar e sono ottenuti dal seme di guar dopo eliminazione della buccia esterna e del germe.

- 20 La Richiedente ha ora trovato un procedimento per la preparazione di guar cationico purificato gliossalato, solubile a pH basico, esente da boro e con un contenuto ridotto di altre impurezze che possono compromettere la stabilità o le caratteristiche delle formulazioni cosmetiche stesse.

25



## SOMMARIO DELL'INVENZIONE

E' pertanto un oggetto fondamentale della presente invenzione un procedimento per la preparazione di guar cationico avente DS compreso tra 0,01 e 3 che comprende i seguenti stadi: a) si fanno reagire 100 parti in peso di guar in forma di farina, 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e sodio idrossido, in da 5 a 500 parti di una miscela acqua e alcol in cui la quantità di acqua rappresenta dal 20 al 50% in peso del totale; b) si acidifica fino a pH compreso tra 4 e 6; c) si aggiungono da 2,2 a 3 parti in peso di gliossale, mescolando e facendo reagire per circa 30 minuti; d) si miscela con da 300 a 1200 parti in peso di acqua a temperatura ambiente per un tempo compreso tra 10 e 90 minuti e) si filtra sotto vuoto e si essicca il guar cationico purificato gliossalato così ottenuto.

Il guar cationico purificato gliossalato ottenuto mediante il procedimento dell'invenzione è un ulteriore oggetto della presente invenzione.

## DESCRIZIONE DETTAGLIATA.

Il guar in forma di farina utilizzabile secondo l'invenzione è una qualsiasi farina di guar commercialmente disponibile, preferibilmente contenente al massimo il 10% in peso di acqua.

Con l'espressione "guar cationico" nel presente testo indichiamo il guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere cloruro.

Per ottenere un guar cationico avente grado di sostituzione (DS) compreso tra 0,01 e 3 nello stadio a) la reazione è effettuata,

hg

sotto agitazione, utilizzando da 2 a 600 parti in peso di 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro, e da 0,4 a 160 parti in peso di sodio idrossido (o equivalente quantità di diversa base forte).

- 5 Nel presente testo, con l'espressione "grado di sostituzione" (DS) si intende la sostituzione del gruppo cationico sugli ossidrili del guar misurata mediante  $^1\text{H-NMR}$ .

Secondo una forma di realizzazione preferita della presente invenzione, nello stadio a) della reazione si utilizzano da 10 a  
10 100 parti in peso di 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e da 2 a 27 parti in peso di sodio idrossido, ottenendo così alla fine della preparazione un guar cationico avente DS compreso tra 0,05 e 0,5, poiché questo grado di sostituzione consente di avere le migliori prestazioni come condizionante.

- 15 Normalmente, secondo quanto noto nel settore, nello stadio a) la reazione è effettuata a temperatura compresa tra 40 e 80 °C per 0,5-4 ore; l'acidificazione dello stadio b) e la reazione dello stadio c) sono effettuate a temperatura compresa tra 20 e 45°C; l'essiccamento dello stadio e) è effettuato a temperatura  
20 compresa tra 60 e 90 °C e dopo la filtrazione dello stadio e) si macina il guar cationico purificato così ottenuto.

L'alcol utilizzabile nel procedimento dell'invenzione è alcol etilico o alcol isopropilico, o loro miscele.

- Preferibilmente nello stadio a) del procedimento si utilizzano da  
25 50 a 200 parti in peso di miscela acqua e alcol.



Il lavaggio con acqua delle fasi d) ed e) consente di eliminare almeno il 90% delle impurezze (residui di acqua e alcol esclusi) e di ottenere un guar cationico gliossalato purificato.

Il prodotto ottenuto mediante il procedimento dell'invenzione è  
5 insolubile a pH minore di 7 e rapidamente e completamente solubile quando il pH viene portato a valori maggiori di 8.

Il guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere cloruro purificato gliossalato dell'invenzione contiene da 0,3 a 1,5% in peso, preferibilmente tra 0,3 e 0,8% in peso di gliossale, è  
10 solubile a pH maggiore di 8 ed ha grado di sostituzione cationica (DS) compresa tra 0,01 e 3,0, preferibilmente tra 0,05 e 0,5.

Il gliossale contenuto nel guar cationico purificato gliossalato dell'invenzione non influisce in alcun modo sulla sua applicabilità nel settore della cura della casa e della persona.

15 I guar cationici esplicano infatti le loro caratteristiche condizionanti e viscosizzanti quando dosati a concentrazioni alquanto basse, tipicamente comprese tra 0.01% e 0.5% del formulato cosmetico; il contenuto di gliossale eventualmente presente nel formulato cosmetico in cui il guar cationico  
20 dell'invenzione è utilizzato come ingrediente è quindi ampiamente al di sotto del limite di 100 ppm previsto dall'attuale legislazione.

Il guar cationico dell'invenzione è esente da boro, da solventi tossici, da 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e ha  
25 minimi contenuti di 2,3-diidrossipropiltrimetilammonio cloruro



(quest'ultimo si può formare dal 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro mediante reazione con acqua durante la reazione di cationizzazione).

Un vantaggio del procedimento secondo l'invenzione è costituito  
5 dal fatto che esso permette di ottenere il guar cationico purificato con rese elevate, in quanto al pH di lavaggio il prodotto è completamente insolubile in acqua.

E' fondamentale a questo proposito l'utilizzo delle quantità di gliossale indicate, che garantiscono l'insolubilità del prodotto nel  
10 lavaggio dello stadio d) del procedimento dell'invenzione, e una rapida e completa dissoluzione del guar cationico gliossalato purificato a pH maggiore di 8.

La determinazione dei residui di reagente cationico e del suo glicole correlato è effettuata mediante cromatografia di scambio  
15 ionico, con l'utilizzo di una colonna a scambio cationico ed eluizione con una soluzione di acido metansolfonico.

Con l'espressione "esente da 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro" si intende che nel guar cationico dell'invenzione la concentrazione di 3-cloro-2-  
20 idrossipropiltrimetilammonio cloruro è al di sotto dei limiti di rilevabilità del metodo sopra descritto e nella fattispecie inferiore allo 0.15%.

Il guar cationico dell'invenzione, può essere utilizzato nelle più svariate formulazioni cosmetiche, nelle quali viene sfruttata,  
25 oltre alla sua capacità di addensare e regolare la reologia di

1 7 NOV. 2006

fg

soluzioni acquose, anche la sua capacità di legarsi attraverso le sue cariche positive a substrati aventi deboli cariche negative.

Un ulteriore vantaggio del procedimento dell'invenzione è che il guar cationico che si ottiene da esso contiene meno del 2% in peso di sali inorganici (quantità determinata mediante calcinazione a 700°C) e in particolare, meno dell'1% in peso di sodio cloruro, la cui presenza, come noto, ha influenza sull'efficacia di addensanti comunemente utilizzati nel settore cosmetico.

Si ritiene che nel procedimento dell'invenzione l'utilizzo di guar in forma di farina sia fondamentale per ottenere le caratteristiche di purezza tipiche del guar cationico dell'invenzione.

Il guar cationico dell'invenzione è anche utilizzabile in altri settori industriali, ove siano particolarmente importanti le caratteristiche di purezza del prodotto, ad esempio nella detergenza domestica.

#### ESEMPIO 1

In un reattore agitato della capacità di 5 litri si caricano a temperatura ambiente, 800 g di farina di guar, si rende inerte l'ambiente di reazione mediante lavaggi di vuoto/azoto quindi si aggiungono lentamente sotto buona agitazione 50 g di soda in gocce sciolti in 450 g di una soluzione di acqua/alcol isopropilico in rapporto di una parte e nove parti. Si agita per 30 minuti portando la temperatura a 50-60°C quindi si aggiungono 224 g

17 NOV. 2006

hg

di 3-cloro-2-idrossipropil trimetilammonio cloruro al 70% diluiti in 100 g di acqua. Dopo 2 ore alla stessa temperatura si raffredda a 40°C e si neutralizza la reazione con acido acetico portando il pH a circa 5.

- 5 Si aggiungono 46 g di una soluzione acquosa di gliossale al 40%, e si lascia reagire per circa 1 ora mantenendo la temperatura a ca. 40°C.

La miscela di reazione così ottenuta (guar cationico grezzo gliossalato), viene dispersa in 2900 g di acqua di rete a pH  
10 minore di 7, lasciati sotto agitazione per 10 minuti, quindi filtrati sottovuoto (0,4-0,5 atm) su filtro di tela.

Il prodotto filtrato viene quindi lavato con 1900 g d'acqua di rete a pH minore di 7, aggiungendo quest'ultima direttamente sul prodotto umido presente sul filtro ed applicando il vuoto.

- 15 Il prodotto (guar cationico purificato gliossalato al 2,3%) viene asciugato su essiccatore a letto fluido con aria calda fino a un contenuto di umidità pari al 3% circa in peso, viene quindi macinato, e viene analizzato.

Il contenuto di gliossale legato è determinato per reazione con  
20 2-idrazono-2,3-diidro-3-metilbenzotiazolo cloridrato, secondo il metodo descritto in "Kunststoffe im Lebensmittelverkehr" Ed. Carl Heymanns Verlag KG, 1999, pag. 228-231 e risulta essere uguale a 0,37% in peso.

1 7 NOV. 2006



## ESEMPIO 2

In un reattore agitato della capacità di 5 litri si caricano a temperatura ambiente, 800 g di farina di guar, si rende inerte l'ambiente di reazione mediante lavaggi di vuoto/azoto quindi si  
5 aggiungono lentamente sotto buona agitazione 120 g di soda in gocce sciolti in 500 g di una soluzione di acqua/alcol isopropilico in rapporto di una parte e nove parti. Si agita per 30 minuti portando la temperatura a 50-60°C quindi si aggiungono 560 g di 3-cloro-2-idrossipropil trimetilammonio cloruro al 70% diluiti  
10 in 100 g di acqua. Dopo 2 ore alla stessa temperatura si raffredda e si neutralizza la reazione con acido acetico portando il pH a circa 5.

Si aggiungono 46 g di una soluzione acquosa di gliossale al 40%, e si lascia reagire per circa 1 ora mantenendo la  
15 temperatura a ca. 40°C.

La miscela di reazione così ottenuta (guar cationico grezzo gliossalato), viene lavato ed essiccato come nell'esempio 1, e viene analizzato.

Il contenuto in gliossale risulta pari a 0,50%

## 20 ESEMPIO 3 (comparativo)

In un reattore agitato della capacità di 5 litri si caricano a temperatura ambiente, 800 g di farina di guar e 2 g di borace, si rende inerte l'ambiente di reazione mediante lavaggi di vuoto/azoto quindi si aggiungono lentamente sotto buona  
25 agitazione 50 g di soda in gocce sciolti in 450 g di una soluzione





17 NOV. 2006

di acqua/alcol isopropilico in rapporto di una parte e nove parti.  
Si agita per 30 minuti portando la temperatura a 50-60°C quindi  
si aggiungono 224 g di 3-cloro-2-idrossipropil trimetilammonio  
cloruro al 70% diluiti in 100 g di acqua. Dopo 2 ore alla stessa  
5 temperatura si raffredda.

La miscela di reazione così ottenuta (guar cationico grezzo  
boraciato), viene dispersa in 2900 g di acqua, lasciati sotto  
agitazione per 10 minuti, quindi filtrati sottovuoto (0,4-0,5 atm)  
su filtro di tela.

10 Il prodotto filtrato viene quindi lavato con 1900 g d'acqua,  
aggiungendo quest'ultima direttamente sul prodotto umido  
presente sul filtro ed applicando il vuoto.

Il prodotto (guar cationico purificato boraciato) viene asciugato  
su essiccatore a letto fluido con aria calda fino a un contenuto di  
15 umidità pari al 3% circa in peso, viene quindi macinato, e viene  
analizzato.

Il contenuto di boro legato è determinato per microanalisi e  
riferito come contenuto in acido borico.

#### ESEMPIO 4 (comparativo)

20 In un reattore agitato della capacità di 5 litri si caricano a  
temperatura ambiente, 800 g di farina di guar, si rende inerte  
l'ambiente di reazione mediante lavaggi di vuoto/azoto quindi si  
aggiungono lentamente sotto buona agitazione 50 g di soda in  
gocce sciolti in 450 g di una soluzione di acqua/alcol isopropilico  
25 in rapporto di una parte e nove parti. Si agita per 30 minuti

portando la temperatura a 50-60°C quindi si aggiungono 224 g di 3-cloro-2-idrossipropil trimetilammonio cloruro al 70% diluiti in 100 g di acqua. Dopo 2 ore alla stessa temperatura si raffredda e si neutralizza la reazione con acido acetico. Il

5 prodotto (guar cationico grezzo) viene asciugato su essiccatore a letto fluido con aria calda fino a un contenuto di umidità pari al 3% in peso, viene quindi macinato, e viene analizzato.

In Tabella 1 sono riportati i valori delle determinazioni analitiche effettuati sui prodotti preparati negli Esempi 1-4

10 TABELLA 1

Es.	Tipo di guar	DS	Ceneri %	Cloridrina*	Glicole*	Acido borico
1	Guar cationico purificato gliossalato	0.15	0.8%	assente	0.3%	-
2	Guar cationico purificato gliossalato	0.3	1.2%	assente	0.3%	-
3	Guar cationico purificato boraciato	0.15	1.0%	assente	0.3%	0.2%
4	Guar cationico grezzo	0.15	7.0%	0.39%	2.66%	-

\*Cloridrina = 3-cloro-2-idrossipropil trimetilammonio cloruro

Glicole = 2,3-diidrossipropiltrimetilammonio cloruro

mg

## RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per la preparazione di guar cationico avente DS  
compreso tra 0,01 e 3 che comprende i seguenti stadi: a) si  
fanno reagire 100 parti in peso di guar in forma di farina, 3-  
5 cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e sodio  
idrossido, in da 5 a 500 parti di una miscela acqua e alcol in  
cui la quantità di acqua rappresenta dal 20 al 50% in peso  
del totale; b) si acidifica fino a pH compreso tra 4 e 6; c) si  
aggiungono da 2,2 a 3 parti in peso di gliossale, mescolando  
10 e facendo reagire per circa 30 minuti; d) si miscela con da  
300 a 1200 parti in peso di acqua a temperatura ambiente  
per un tempo compreso tra 10 e 90 minuti e) si filtra sotto  
vuoto e si essicca il guar cationico purificato così ottenuto.
2. Procedimento secondo la rivendicazione 1., in cui nello stadio  
15 a) la reazione è effettuata sotto agitazione utilizzando da 2 a  
600 parti in peso di 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio  
cloruro, e da 0,4 a 160 parti in peso di sodio idrossido, a  
temperatura compresa tra 40 e 80 °C per 0,5-4 ore;  
l'acidificazione dello stadio b) e la reazione dello stadio c)  
20 sono effettuate a temperatura compresa tra 20 e 45°C;  
l'essiccamento dello stadio e) è effettuato a temperatura  
compresa tra 60 e 90 °C.
3. Procedimento secondo la rivendicazione 1. o 2., in cui la  
reazione dello stadio a) è effettuata in da 50 a 200 parti in  
25 peso della miscela acqua e alcol.

lg

4. Procedimento secondo la rivendicazione 3., in cui l'alcol è alcol etilico o alcol isopropilico, o loro miscele.
5. Procedimento secondo la rivendicazione 4., in cui nello stadio a) si utilizzano da 10 a 100 parti in peso di 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e da 2 a 27 parti in peso di sodio idrossido.
6. Procedimento secondo la rivendicazione 5. in cui durante la filtrazione dello stadio e) , si lava il prodotto con da 100 a 400 parti in peso di acqua.
7. Procedimento secondo la rivendicazione 6. in cui dopo la filtrazione dello stadio e) si macina il guar cationico purificato così ottenuto.
8. Guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere cloruro avente grado di sostituzione cationica (DS) compresa tra 0,01 e 3,0, caratterizzato dal fatto di contenere da 0,3 a 1,5% in peso di gliosale, di essere solubile a  $\text{pH} > 8$  e insolubile a  $\text{pH} < 7$ , di essere esente da boro e da 3-cloro-2-idrossipropiltrimetilammonio cloruro e di contenere meno del 2% in peso di sali inorganici e, in particolare, meno dell'1% in peso di sodio cloruro.
9. Utilizzo di guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere cloruro secondo la rivendicazione 8 nella preparazione di formulazioni cosmetiche.

10.Utilizzo di guar 2-idrossi-3-(trimetilammonio)propil etere  
cloruro secondo la rivendicazione 8 nella preparazione di  
prodotti per la detergenza domestica.

5

Albizzate,



(Lamberti SpA - Paola Giaroni)

