



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 271**

51 Int. Cl.:
C11D 1/645 (2006.01)
C07C 219/06 (2006.01)
C11D 1/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07822445 .8**
96 Fecha de presentación : **09.11.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2121887**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.11.2009**

54 Título: **Suavizante de tejidos sin aclarado.**

30 Prioridad: **28.12.2006 EP 06380339**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.07.2011

73 Titular/es: **KAO CORPORATION, S.A.**
Puig dels Tudons, 10
Centre Industrial Santiga
08210 Barbera del Vallès, Barcelona, ES

72 Inventor/es: **Bermejo Oses, María José y**
Nogues López, Blanca

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 363 271 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Suavizante de tejidos sin aclarado

Campo técnico

5 La invención se refiere a composiciones que son adecuadas como suavizantes de tejidos, particularmente para el suavizado de tejidos que se han lavado con detergentes altamente concentrados.

Técnica anterior

10 Las composiciones de cuidado de tejidos proporcionan varias características deseables a los tejidos tras su tratamiento, incluyendo un tacto del tejido mejorado y una percepción de frescura. Sin embargo, para garantizar una aceptación alta del consumidor de cualquier composición de cuidado de tejidos, es esencial proporcionar una estética del producto deseable para el consumidor, por ejemplo no solamente un olor de producto puro atractivo y un color de producto agradable, sino especialmente una reología del producto apropiada y una estabilidad del producto físico satisfactoria. El control de la reología de la composición de cuidado de tejidos se vuelve cada vez más desafiante a medida que se reduce la concentración del componente activo de suavizado de tejidos (es decir, diluido).

15 El suavizante de tejidos se añade generalmente al tejido después del procedimiento de lavado y aclarado posterior. Sin embargo, puede haber algún remanente de tensioactivos aniónicos en la etapa de adición del suavizante de tejidos, particularmente cuando la razón de detergente con respecto a agua es alta en la etapa de lavado, lo que es el caso por ejemplo en condiciones de lavado a mano o en el caso de lavado en tratamientos con lavadora no automática de carga superior. Este remanente de tensioactivos aniónicos puede presentar problemas con respecto
20 al tratamiento con suavizante posterior puesto que los componentes activos del suavizante de tejidos pueden interactuar con los tensioactivos aniónicos residuales. Por ejemplo, esta interacción puede dar como resultado un efecto de suavizado reducido.

25 El documento WO-A-02072745 describe la composición añadida al aclarado para el acondicionamiento de tejidos en un aclarado, mediante lo cual la composición comprende un componente activo de suavizante de tejidos, un sistema de supresión de espuma y un eliminador de tensioactivos, caracterizada porque la composición tiene un valor de reducción de espuma de al menos aproximadamente el 90% y está libre de flóculos visibles cuando se usa en presencia de tensioactivo detergente residual. Según el documento WO-A-02072745, se prefiere que el componente activo del suavizante de tejidos y el eliminador de tensioactivos provengan del mismo material de partida, siendo el
30 componente activo del suavizante de tejidos un compuesto de amonio cuaternario sustituido con dialquilo y el eliminador de tensioactivos un compuesto de monoalquil-amonio cuaternario, porque pueden producirse conjuntamente en una sola reacción química y, de esta manera, es menos probable que la composición final experimente una separación de fases.

35 Según el documento WO-A-02072745, si la razón molar del ácido graso con respecto a la amina es inferior a 2:1, preferiblemente de entre 1,6:1 y 0,8:1, y más preferiblemente entre 1,6:1 y 1:1, se obtiene una mezcla de compuestos sustituidos con monoalquilo y dialquilo.

Componentes activos del suavizante de tejidos preferidos según el documento WO-A-02072745 son esterquats tales como cloruro de N,N-bis(estearoil-oxietil)-N,N-dimetilamonio, cloruro de N,N-bis(sebo-oxietil)-N,N-dimetilamonio, metilsulfato de N,N-bis(estearoil-oxi-etil)-N-(2-hidroxi-etil)-N-metilamonio o cloruro de 1,2-di(estearoil-oxi)-3-trimetilamoniopropano.

40 Los eliminadores de tensioactivos preferidos son la variante de monoalquilo del componente activo del suavizante de tejidos (monoalquil-esterquat).

Hay abundante bibliografía sobre el tema de combinar compuestos de amonio cuaternario sustituidos con dialquilo y compuestos de monoalquilamonio cuaternario, entre los que pueden mencionarse las patentes o las solicitudes de patentes EP-A-0018039, EP-A-0369500, US-A-4360437 o US-A-4855072 entre muchos otros.

45 Las referencias que describen mezclas de esterquats sustituidos con dialquilo y monoalquil-esterquats son los documentos WO-A-9414935, WO-A-9742279, WO-A-2004044113 entre muchos otros.

50 El documento US-A-6737392 describe una composición de suavizante de tejidos que contiene una combinación esterquats de alto contenido en monoalquil-metildietanolamina y trietanolamina. La composición de suavizante de tejidos incluye una combinación de desde el 15 hasta el 65%, en peso de la combinación total, de un esterquat de trietanolamina y desde el 35 hasta el 85%, en peso de la combinación total, de un esterquat de metildietanolamina que tiene un nivel de monoalquil-esterquat de aproximadamente el 10% o superior. Según el documento US-A-6737392, la razón molar preferida de ácido graso con respecto a metildietanolamina es de entre 1,2:1 y 1,7:1, preferiblemente entre 1,2:1 y 1,5:1, más preferiblemente entre 1,2:1 y 1,35:1 para aumentar el nivel de monoalquil-esterquat.

El documento EP 1 103 650 da a conocer mezclas de aminoésteres y esterquats en determinada razón. El documento WO 01/32813 da a conocer mezclas de mono-, di- y tri-ésterquats.

El documento US-A-20060030516 comenta los problemas del remanente de tensioactivo del ciclo de lavado al de aclarado.

- 5 Finalmente, según F.E. Friedli *et. al.*, en "Upgrading triethanolamine esterquat performance to new levels". Journal of Surfactants and Detergents, Vol. 5, n.º 3 (julio de 2002) , publicado por la AOCS, usando una razón molar de ácido graso/trietanolamina de 2:1, se obtiene una mezcla de producto final que contiene monoesterquat, diesterquat, triesterquat y triesteramina. El análisis de porcentaje en peso típico para el esterquat de trietanolamina comercial es del 23% de monoesterquat, el 47% de diesterquat, el 19% de triesterquat y el 11% de triesteramina.

10 Sumario de la invención

El problema subyacente de la presente invención es proporcionar una nueva composición que es adecuada para el uso como suavizante de tejidos, particularmente en presencia de tensioactivos aniónicos que puede arrastrarse desde el procedimiento de lavado, y un procedimiento para su producción.

- 15 Este problema se resuelve mediante la provisión de una composición que comprende una mezcla de sales de amonio cuaternario que puede obtenerse mediante esterificación de un ácido graso C₆-C₂₂ con trietanolamina y cuaternización posterior, conteniendo dicha mezcla diesteramina no cuaternizada, triesteramina no cuaternizada, monoesteramina cuaternizada, diesteramina cuaternizada y triesteramina cuaternizada, en la que la razón en peso de triesteramina no cuaternizada con respecto a triesteramina cuaternizada es superior a 1,5.

- 20 Esta composición puede producirse mediante un procedimiento que comprende condensar ácidos grasos C₆-C₂₂ con trietanolamina proporcionando una mezcla de esteramina que comprende monoesteramina, diesteramina y triesteramina, cuaternizar dicha mezcla con agentes alquilantes, en el que la razón molar de agente alquilante con respecto a esteramina oscila entre 0,6 y 0,9, preferiblemente entre 0,65 y 0,85.

Descripción detallada de la invención

El esterquat

- 25 Se entiende generalmente que los esterquats son sales de ésteres de alcanolamina de ácidos grasos cuaternizados que, en los últimos años, han demostrado que son adecuados como otro grupo de tensioactivos catiónicos, además de las sales de tetraalquilamonio conocidas, para su uso como suavizantes de tejidos y como acondicionadores para cosméticos. Normalmente se producen mediante esterificación de ácidos grasos con alcanolaminas y cuaternización posterior de los ésteres de alcanolamina con cloruro de metilo o sulfato de dimetilo. Se hace referencia a este respecto en el documento WO-A-9101295. Los esterquats de la presente invención pueden obtenerse mediante esterificación de un ácido graso C₆-C₂₂ con trietanolamina y cuaternización posterior, conteniendo dicha mezcla diesteramina no cuaternizada (diesteramina), triesteramina no cuaternizada (triesteramina), monoesteramina cuaternizada (monoesterquat), diesteramina cuaternizada (diesterquat) y triesteramina cuaternizada (triesterquat), en los que la razón en peso de triesteramina no cuaternizada con respecto a triesteramina cuaternizada es superior a 1,5. En lo siguiente, se describen en más detalle las dos etapas en la síntesis del esterquat.

La esterificación

Según la invención, los ésteres de alcanolamina pueden obtenerse mediante la condensación de ácidos grasos C₆-C₂₂ con trietanolamina (TEA).

- 40 Ejemplos de ácidos grasos C₆-C₂₂ adecuados son los que se obtienen a partir de aceites y grasas vegetales y animales tales como los que se obtienen a partir del aceite de ricino, aceite de coco, aceite de maíz, aceite de mostaza, aceite de palma, aceite de cacahuete, aceite de colza, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de resina, sebo, de manera eventual total o parcialmente hidrogenados, así como ácidos grasos purificados o sintéticos, como el ácido caproico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido isotridecanoico, ácido láurico, ácido mirístico, palmítico, ácido palmitoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido 2-etilhexanoico, ácido oleico, ácido elaídico, ácido petroselénico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido oleosteárico, ácido ricinoleico, ácido araquídico, ácido gadoleico, ácido behénico, ácido erúxico, o sus mezclas de calidad técnica.

El ácido graso es preferiblemente un ácido C₆-C₁₈ que contiene un grado de insaturación de manera que el índice de yodo ("IY") está en el intervalo de 0-90, preferiblemente de 10-90, más preferiblemente en el intervalo de desde 15-85, lo más preferiblemente de 15-55.

- 50 También se prefiere que el/los ácido(s) graso(s) empleados en el presente procedimiento tengan una razón de isómero cis con respecto a trans de desde 80:20 hasta 95:5. Más preferiblemente, el contenido de isómero trans de dicho(s) ácido(s) graso(s) es inferior al 10%. Un contenido de isómero trans óptimo es de entre el 0,5-5%.

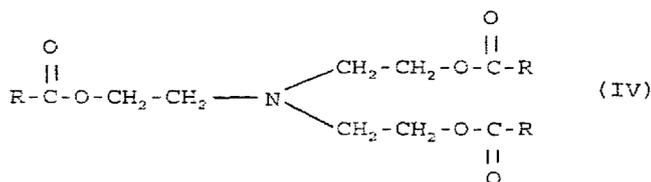
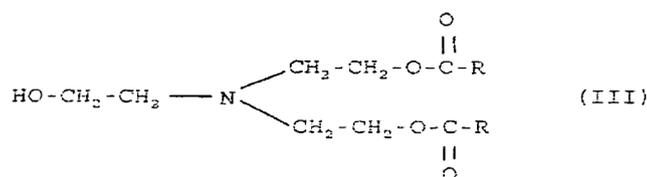
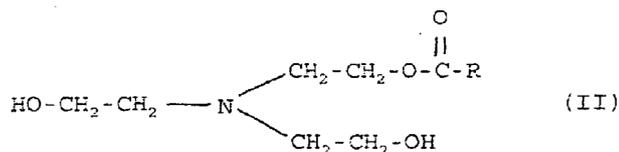
La esterificación de ácidos grasos C₆-C₂₂ con trietanolamina (TEA) puede llevarse a cabo mediante métodos

conocidos, tal como se describe en el documento WO-A-9101295.

- 5 Se prefiere que la esterificación de los ácidos grasos C₆-C₂₂ con trietanolamina se lleve a cabo a una temperatura de entre 120°C y 220°C, durante un periodo de desde 2 hasta 10 horas, preferiblemente a una presión reducida de 5 a 200 mbar y en presencia de algunos de los catalizadores que ya se conocen para la esterificación, por ejemplo, ácido hipofosforoso y ácido paratoluenosulfónico, y también en presencia de algunos de los estabilizadores y antioxidantes habituales tales como tocoferoles, BHT, BHA, ácido cítrico, etc.

La razón molar de los ácidos grasos C₆-C₂₂ con respecto a trietanolamina está generalmente en el intervalo de 1,5:1 a 2,5:1, más desde 1,6:1 hasta 2,0:1.

- 10 El producto de reacción de la reacción de esterificación es una mezcla compleja de mono-, di- y tri-ésteres de ácidos grasos, concretamente una mezcla de monoesteramina, diesteramina y triesteramina, además de las especies sin reaccionar. La monoesteramina, la diesteramina y la triesteramina tienen las siguientes fórmulas (II) a (IV):



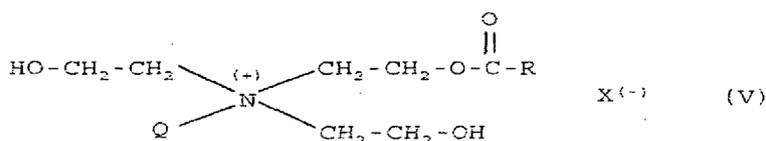
- 15 En las fórmulas anteriores, R representa un grupo hidrocarbonado C₆-C₂₁.

La cuaternización

- 20 La cuaternización del producto de reacción de la reacción de esterificación puede llevarse a cabo de manera conocida, tal como se describe en el documento WO-A-9101295. Los agentes alquilantes preferidos incluyen haluros, fosfatos, carbonatos o sulfatos de alquilo de cadena lineal o ramificada C₁-C₃, haluros, fosfatos o sulfatos de aralquilo C₇-C₁₀, y mezclas de los mismos. Los ejemplos de agentes alquilantes preferidos incluyen pero no se limitan a cloruro de metilo, cloruro de bencilo, sulfato de dietilo, sulfato de dimetilo, fosfato de trimetilo, fosfato de dimetilo o mezclas de los mismos. El experto en la técnica sabe cómo elegir el tipo y la cantidad de agente alquilante empleado. Según la presente invención, la razón molar de agente alquilante con respecto a esteramina generalmente oscila entre 0,6 y 0,9, preferiblemente entre 0,65 y 0,85, incluso más preferiblemente entre 0,7 y 0,83.

- 25 La cuaternización puede llevarse a cabo a masa o en disolvente, a temperaturas que oscilan entre 55°C-120°C. Si se emplea un disolvente, entonces los materiales de partida y/o el producto deben ser solubles en el disolvente en la medida necesaria para la reacción.

- 30 La composición cuaternizada resultante (es decir, el esterquat) contiene, además de diesteramina no cuaternizada, triesteramina no cuaternizada y posiblemente monoesteramina no cuaternizada además de otros subproductos, monoesterquat, diesterquat y triesterquat de las siguientes fórmulas V a VII, respectivamente:



preferiblemente en una cantidad en el intervalo del 1 al 20% en peso, preferiblemente en el intervalo del 2 al 15% en peso, porcentaje en peso con respecto al peso total de monoesteramina, diesteramina, triesteramina, monoesterquat, diesterquat, triesterquat y compuesto de N-alquil C₆-C₂₂, N-tri-(alquil C₁-C₃)amonio de fórmula (I).

5 En otra realización preferida, un tensioactivo no iónico, preferiblemente un alcohol alcoxilado, un alcohol polihidroalcoxilado, o mezclas de los mismos, también está presente en la composición de la presente invención (esterquat solo o esterquat en combinación con el compuesto (b)).

10 El alcohol alcoxilado es preferiblemente un alcohol graso C₆-C₂₂ etoxilado que tiene una cadena de alquilo lineal o ramificada y que tiene un grado de etoxilación promedio de entre 1-50, preferiblemente entre 1-30, más preferiblemente entre 1-15; o un alcohol secundario C₇-C₁₅ lineal o ramificado etoxilado, preferiblemente un alcohol C₁₁-C₁₅ lineal etoxilado que tiene un grado de etoxilación promedio de entre 1-20, preferiblemente entre 1-15, más preferiblemente de 5-15.

15 El alcohol polihidroalcoxilado es preferiblemente un etilenglicol etoxilado, propilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,4-butilenglicol, dipropilenglicol, glicerol, poliglicerol, y mezclas de los mismos, que tienen un grado de etoxilación promedio de entre 1-50, preferiblemente entre 1-30, más preferiblemente entre 1-5. Preferiblemente, el alcohol polihidroalcoxilado es un glicerol etoxilado que tienen un grado de etoxilación promedio de entre 1-50, preferiblemente entre 1-30, más preferiblemente entre 1-15.

Los suavizantes de tejidos

El contenido de la presente invención también incluye suavizantes de tejidos que comprenden la composición según la invención.

20 Según la invención, la mezcla de sales de amonio cuaternario (es decir el esterquat (a) que consiste esencialmente en diesteramina, triesteramina, monoesterquat, diesterquat, triesterquat y disolvente, y opcionalmente monoesteramina no cuaternizada y el compuesto (b)) está presente en los suavizantes de tejidos en el intervalo del 1 al 80% en peso, preferiblemente desde el 1 hasta el 55% en peso, incluso más preferiblemente desde el 2 hasta el 40% en peso, con respecto al peso total del suavizante de tejidos.

25 En referencia a otros componentes opcionales, sin que haya que considerarse esto como una descripción exhaustiva de todas las posibilidades, que, por otro lado, los conoce muy bien el experto en la técnica, puede mencionarse lo siguiente:

30 a) otros productos que potencian en rendimiento de las composiciones de suavizado, tales como siliconas, óxidos de amina, tensioactivos aniónicos, tales como lauril etersulfato o laurilsulfato, tensioactivos anfóteros, tales como cocoamidopropilbetaína o alquilbetaínas, sulfosuccinatos, derivados de poliglucósido, etc.

b) productos de estabilización, tales como sales de aminas que tienen una cadena corta, que están cuaternizadas o no cuaternizadas, por ejemplo de trietanolamina, N-metildietanolamina, etc., y también tensioactivos no iónicos, tales como alcoholes grasos etoxilados, aminas grasas etoxiladas, alquilfenoles etoxilados, etc.

35 c) productos que mejoran el control de la viscosidad, por ejemplo sales inorgánicas, tales como cloruro de calcio, cloruro de magnesio, sulfato de calcio, cloruro de sodio, etc.; productos que pueden usarse para reducir la viscosidad en composiciones concentradas, tales como compuestos del tipo glicol, tales como, por ejemplo, etilenglicol, dipropilenglicol, poliglicoles, etc.; y agentes de espesamiento para composiciones diluidas, por ejemplo, polímeros derivados de celulosa, goma guar, etc.

40 d) componentes para ajustar el pH, que es preferiblemente de desde 1,5 hasta 4,5, tal como cualquier tipo de ácido inorgánico y/u orgánico, por ejemplo ácido clorhídrico, sulfúrico, fosfórico, cítrico, etc.

e) agentes que mejoran la eliminación de suciedad, tales como los polímeros o copolímeros conocidos a base de tereftalatos.

f) agentes conservantes bactericidas, tales como formol, Kathon GC, Bronopol, etc.

45 g) otros productos tales como antioxidantes, agentes colorantes, perfumes, germicidas, fungicidas, agentes anticorrosivos, agentes antiarrugas, opacificantes, abrillantadores ópticos, agentes de brillo perlado, etc.

50 El suavizante de tejidos según la invención, puede adoptar una variedad de formas físicas incluyendo líquido, líquido-gel, tipo pasta, espuma o bien en forma acuosa o bien no acuosa, formas granulares o de pastilla. Para una mejor dispersibilidad, una forma preferida de la composición es una forma líquida, y en forma de una dispersión acuosa en agua. Cuando se encuentra en forma líquida, la composición también puede dispensarse con medios de dispensación tales como un pulverizador o dispensador de aerosol.

Cuando se encuentra en forma líquida, tal suavizante de tejidos puede contener desde el 1% hasta el 15% en peso de un agente de suavizado de tejidos, que incluye la mezcla de sales de amonio cuaternario según la invención, en

el caso de un suavizante de tejidos (diluido) convencional pero puede contener niveles superiores desde hasta el 30% o incluso el 40% en peso (del agente de suavizado de tejidos, que incluye la mezcla de sales de amonio cuaternario según la invención) en el caso de suavizantes de tejidos muy concentrados. La composición habitualmente también contiene agua y otros aditivos, que pueden proporcionar el resto de la composición.

- 5 Los suavizantes de tejidos líquidos se preparan de manera habitual fundiendo los componentes de suavizado y añadiendo la masa fundida a agua caliente, con agitación para dispersar los componentes insolubles en agua.

10 El suavizante de tejidos según la invención puede usarse en un denominado procedimiento de aclarado, en el que el suavizante de tejidos tal como se definió anteriormente, se diluye en primer lugar en una disolución de baño de aclarado acuoso. Posteriormente, los tejidos lavados que se han lavado con un líquido con detergente y opcionalmente aclarado en una primera etapa de aclarado ineficaz ("ineficaz" en el sentido de que puede arrastrarse suciedad y/o detergente residual con los tejidos), se colocan en la disolución de aclarado con la composición diluida. Naturalmente, el suavizante de tejidos también puede incorporarse dentro del baño acuoso una vez que los tejidos se han sumergido en el mismo. Tras esa etapa, se aplica agitación a los tejidos en la disolución de baño de aclarado provocando que la espuma se desinfla, y se retira el tensioactivo y la suciedad residual. Luego pueden escurrirse opcionalmente los tejidos antes del secado.

15 Por consiguiente, se proporciona un método para aclarar tejidos, que comprende las etapas de poner tejidos en contacto, previamente lavados en un líquido con detergente, con un suavizante de tejidos según la invención. El contenido de la invención también incluye el uso de un suavizante de tejidos de la presente invención para conferir suavidad de tejido a tejidos que se han lavado en una disolución de detergente con alto contenido en espuma, mientras que se proporciona en el aclarado una reducción de la espuma o formación de espuma y sin la creación de flóculos indeseables.

20 Este procedimiento de aclarado puede realizarse manualmente en un lavabo o cubo, en una lavadora no automática o en una lavadora automática. Cuando se realiza el lavado a mano, los tejidos lavados se retiran del líquido con detergente y se escurren. Luego, se añade el suavizante de tejidos de la presente invención a agua nueva y los tejidos y luego, directamente o después de una primera etapa de aclarado ineficaz opcional, se aclaran en el agua que contiene la composición según las costumbres de aclarado convencionales. Luego se secan los tejidos usando medios convencionales.

Ejemplos

1. Síntesis de las composiciones

- 30 - Esterificación

Se preparó la esteramina usada en los ejemplos según el siguiente método general:

35 Se introdujeron 786 g de ácido graso (AG) de sebo en un reactor equipado con un agitador y una sonda de temperatura, y se añadieron 261 g de trietanolamina (TEA), 1 gramo de ácido hipofosforoso al 50% y 0,6 gramos de BHT con la agitación. Se calentó la mezcla a 170°C en una atmósfera inerte hasta que el índice de acidez fue inferior a 5 mg KOH/g. Cuando alcanzó este valor, se obtuvieron 995 gramos del producto de reacción, es decir una mezcla compleja de una monoesteramina, diesteramina y triesteramina.

- Cuaternización

40 Se prepararon las composiciones (esterquat o esterquat con el compuesto (b)) de la tabla 1 con el uso de los reactivos y las cantidades indicadas en la tabla 1, según el siguiente método general (todas las cantidades se expresan en g):

A la esteramina descrita anteriormente, se le añadió alcohol isopropílico (IPA) y N-alkil C₆-C₂₂-N,N-dimetilamina (ADMA) con agitación y a una temperatura de 55°C, se añadió gota a gota sulfato de dimetilo (DMS) durante un periodo de tiempo de aproximadamente 2 horas. La mezcla mantuvo las condiciones de temperatura y agitación hasta que el índice de amina total permaneció constante.

- 45 La razón de triesteramina / triesterquat (EA/EQ) también se indica en la tabla 1.

Tabla 1 – Procedimiento de cuaternización.

	Ej.	Procedimiento de cuaternización					Mezcla obtenida	
		Esteramina del procedimiento de ester.	ADMA		IPA	DMS	Cantidad	Razón EA/EQ
			Grupo alquilo C ₆ -C ₂₂	Cantidad				
Ejemplos comparativos	1,1	995	---	---	134	211	1340	0,9
	1,2	995	C16	52,5	143	234	1425	0,9
	1,3	995	C12	52,5	235	143	1425	0,9
	1,4	995	C18	52,5	142	232	1422	0,9
	1,5	995	C16	111	152	259	1517	0,9
	1,6	995	C12	111	262	152	1520	0,9
	1,7	995	C18	111	151	255	1512	0,9
Según la invención	1,8	995	---	---	131	179	1305	5,4
	1,9	995	C16	52,5	139	199	1386	5,4
	1,10	995	C12	52,5	139	200	1387	5,4
	1,11	995	C18	52,5	139	198	1385	5,4
	1,12	995	C16	111	148	221	1475	5,4
	1,13	995	C12	111	148	223	1477	5,4
	1,14	995	C18	111	147	218	1471	5,4

2. Preparación de las composiciones de suavizante de tejidos

Se prepararon las composiciones de suavizante de tejidos indicadas en la tabla 2 y la tabla 3 usando el siguiente procedimiento:

- 5 Se calienta agua entre 40°C-45°C. En condiciones de agitación, el tensioactivo no iónico, se añade a agua. Se fundió la base de suavizante (mezclas 1.1 a 1.14 obtenidas en el ejemplo 1) y se añadió a agua, con agitación. Tras la homogeneización, se enfrió la formulación hasta 25-30°C. Se añadió emulsión de silicona antiespumante en este punto. Una vez que se incorporó, se añadieron el perfume y otros componentes tales como colorante y conservante, y se mezclaron hasta lograr una composición homogénea.
- 10 Para los ejemplos A1 a A7, se añadió ácido a agua después de la incorporación de componente no iónico.
Para los ejemplos C-2b y A-2b, se añadió monoalquilquat (compuesto de fórmula (I)) a agua antes de la adición del esterquat.

Tabla 2 - Composiciones de suavizante de tejidos - ejemplos comparativos

	C-1	C-2a	C-2b	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7
Mezcla 1.1 (esterquat)	8		7,6					
Mezcla 1.2 [esterquat (95%) + TriMeC16-MS ¹ (5%)]		8						
cloruro de N-cetil-N,N,N-trimetilamonio			0,4					
Mezcla 1.3 [esterquat (95%) + TriMeC12-MS ² (5%)]				8				
Mezcla 1.4 [esterquat (95%) + TriMeC18-MS ³ (5%)]					8			
Mezcla 1.5 [esterquat (90%) + TriMeC16-MS ¹ (10%)]						8		
Mezcla 1.6 [esterquat (90%) + TriMeC12-MS ² (10%)]							8	
Mezcla 1.7 [esterquat (90%) + TriMeC18-MS ³ (10%)]								8
Alcohol cetilestearílico con POE(20) ⁴	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Emulsión de silicona DC-1430 de Dow Corning	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Agua	El resto hasta 100							

¹metilsulfato de N-cetil-N,N,N-trimetilamonio

²-metilsulfato de N-lauril-N,N,N trimetilamonio

³metilsulfato de N-estearil-N,N,N-trimetilamonio

5 ⁴Alcohol cetilestearílico que tiene un grado de etoxilación promedio de 20

Tabla 3 - Composiciones de suavizante de tejidos – según la invención

	A-1	A-2a	A-2b	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7
Mezcla 1.8 (esterquat)	8,0		7,6					
Mezcla 1.9 [esterquat (95%) + TriMeC16-MS ¹ (5%)]		8,0						
cloruro de N-cetil-N,N,N-trimetilamonio			0,4					
Mezcla 1.10 [esterquat (95%) + TriMeC12-MS ² (5%)]				8,0				
Mezcla 1.11 [esterquat (95%) + TriMeC18-MS ³ (5%)]					8,0			
Mezcla 1.12 [esterquat (90%) + TriMeC16-MS ¹ (10%)]						8,0		
Mezcla 1.13 [esterquat (90%) + TriMeC12-MS ² (10%)]							8,0	
Mezcla 1.14 [esterquat (90%) + TriMeC18-MS ³ (10%)]								8,0
Alcohol cetilestearílico con POE(20) ⁴	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
H ₂ SO ₄ (al 10%)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Emulsión de silicona DC-1430 de Dow Corning	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Agua	El resto hasta 100							

¹ metilsulfato de N-cetil-N,N,N-trimetilamonio

² metilsulfato de N-lauril-N,N,N-trimetilamonio

³ metilsulfato de N-estearil-N,N,N-trimetilamonio

5 ⁴ Alcohol cetilestearílico que tiene un grado de etoxilación promedio de 20

3. Métodos de evaluación

3.1 Evaluación de residuo blanco

Se añadieron 60 g de detergente comercial en polvo (ARIEL), a 8 l de agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C). Se agitó la disolución hasta su completa disolución.

10 Se empaparon toallas de rizo de algodón (peso total de 300 g) en disolución de detergente y se mantuvieron en movimiento durante 1 min.

Después de este periodo se exprimieron manualmente las toallas y se transfirieron a un baño de aclarado con suavizante que contenía 45 g de composición de suavizado disuelta en 3 l de agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C).

15 Se mantuvieron las toallas en el baño de suavizado durante 30 s, luego se retiraron y se exprimieron manualmente.

Después de 2 minutos desde la retirada de las toallas, se filtró el baño de suavizado a través de un tejido negro de punto de algodón.

Se mantuvo el tejido negro en posición horizontal hasta que se secó (temperatura ambiente), y luego se evaluó visualmente el residuo de filtración frente a una escala de clasificación.

20 El efecto de las composiciones de suavizante que reducen la formación del residuo blanco se muestra en las tablas 4 y 5.

Las puntuaciones van de 1 (mal comportamiento = toda la superficie del tejido negro cubierta por un residuo de película blanca) a 6 (comportamiento excelente = la superficie del tejido negro está prácticamente libre de residuos blancos).

3.2 Evaluación de la suavidad

5 Se añadieron 30 g de detergente comercial en polvo (ARIEL), a 15 l de agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C). Se agitó la disolución hasta su completa disolución.

Se lavaron las toallas de rizo de algodón (peso total 1 kg) manualmente durante 5 min.

10 Después de este periodo se exprimieron manualmente las toallas y se transfirieron a un baño de aclarado con suavizante que contenía 25 g de composición de suavizado disuelta en 20 l de agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C) durante 3 min., luego se retiraron y se exprimieron manualmente .

Después del secado (condiciones en interior, 20°C HR del 65%), se evaluó sensorialmente el efecto de suavizado por un panel de expertos de 20 evaluadores por medio de una prueba de clasificación usando como referencias:

15 - Un blanco (clasificación 1) que consiste en una toalla tratada en el baño de detergente y luego aclarada en un baño que contiene solamente agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C), y

20 - un control (clasificación 5) que consiste en una toalla mojada previamente solamente con agua (dureza del agua de 20°FH, grados franceses de dureza, temperatura del agua de 25°C) y luego se sumerge en un baño de suavizado que contiene 25 g de composición de suavizado disuelta en 20 l de agua (dureza del agua de 20°FH - temperatura del agua de 25°C).

El efecto de suavizado se muestra en las tablas 4 y 5

Tabla 4 – Evaluación de las composiciones de suavizante de tejidos – ejemplos comparativos

	Ejemplos comparativos							
	C-1	C-2a	C-2b	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7
Residuo blanco (Clasificación de 1 a 6)	1	2	2	2	1	5	5	4
Suavidad (Clasificación de 1 a 5)	4	4	4	4	4	3	3	3

Tabla 5 – Evaluación de las composiciones de suavizante de tejidos – según la invención

	Según la invención							
	A-1	A-2a	A-2b	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7
Residuo blanco (Clasificación de 1 a 6)	3	5	5	5	4	6	6	5
Suavidad (Clasificación de 1 a 5)	4	4	4	4	4	3	3	3

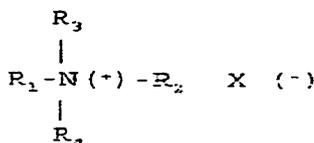
25 A partir de los resultados experimentales, puede concluirse que las composiciones de suavizante de tejidos según la invención proporcionan una mejor reducción de residuos blancos (flóculos indeseables) sin afectar al comportamiento de suavidad.

Se obtuvieron resultados particularmente buenos con las composiciones de suavizante de tejidos A-2a, A-2b y A-3.

30 Además, se obtuvieron resultados similares con la composición de suavizante de tejidos A-2a (en la que se obtuvo el compuesto de fórmula (I) *in situ* con el esterquat durante el procedimiento de cuaternización) y la composición de suavizante de tejidos A- 2b (en la que se mezcló el compuesto de fórmula (I) con el esterquat)

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición que comprende un esterquat que es obtenible mediante esterificación de un ácido graso C₆-C₂₂ con trietanolamina y cuaternización posterior, conteniendo dicha mezcla diesteramina no cuaternizada, triesteramina no cuaternizada, monoesteramina cuaternizada, diesteramina cuaternizada y triesteramina cuaternizada, en la que la razón en peso de triesteramina no cuaternizada con respecto a triesteramina cuaternizada es superior a 1,5.
2. Composición según la reivindicación 1, en la que la razón en peso de triesteramina no cuaternizada con respecto a triesteramina cuaternizada es superior a 5.
- 10 3. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el contenido de triesteramina cuaternizada es inferior al 3% en peso con respecto a la cantidad total de monoesteramina no cuaternizada, diesteramina no cuaternizada, triesteramina no cuaternizada, monoesteramina cuaternizada, diesteramina cuaternizada y triesteramina cuaternizada.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además (b) un compuesto de amonio cuaternario de fórmula (I)



- 15 en la que,
- R₁ representa un grupo alquilo o alqueno C₆-C₂₂ lineal o ramificado,
- R₂, R₃ y R₄, representan independientemente un grupo alquilo C₁-C₃,
- X representa un anión compatible con suavizante, preferiblemente cloruro, bromuro, metilsulfato, etilsulfato y nitrato, más preferiblemente cloruro o metilsulfato.
- 20 5. Mezcla de sales de amonio cuaternario según la reivindicación 4, en la que el compuesto (b) es un cloruro de N-alquil C₆-C₂₂, N-trimetil-amonio o metilsulfato de N-alquil C₆-C₂₂, N-trimetil-amonio.
6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 4 ó 5, en la que la razón en peso del esterquat con respecto al compuesto (b) está en el intervalo de 5:1 a 60:1.
- 25 7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además un tensioactivo no iónico.
8. Composición según la reivindicación 7, en la que el tensioactivo no iónico es un alcohol alcoxilado, un alcohol polihidroxilado alcoxilado, o mezclas de los mismos.
- 30 9. Procedimiento para producir la composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende condensar ácidos grasos C₆-C₂₂ con trietanolamina proporcionando una mezcla de esteramina que comprende monoesteramina, diesteramina y triesteramina, cuaternizar dicha mezcla con agentes alquilantes, en el que la razón molar de agente alquilante con respecto a esteramina oscila entre 0,6 y 0,9, preferiblemente entre 0,65 y 0,85.
10. Procedimiento según la reivindicación 9, en el que la cuaternización se lleva a cabo en presencia de una N-alquil C₆-C₂₂, N,N-di-alquil C₁-C₃-amina.
- 35 11. Procedimiento según la reivindicación 9, en el que el componente (b) de fórmula (I) se mezcla con el esterquat.
12. Suavizante de tejidos que comprende la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
13. Método para aclarar tejidos, que comprende las etapas de poner los tejidos en contacto, lavados anteriormente en líquido con detergente, con un suavizante de tejidos según la reivindicación 12.
- 40 14. Uso de una composición según una o más de las reivindicaciones 1 a 8, para conferir suavidad de tejido a tejidos.