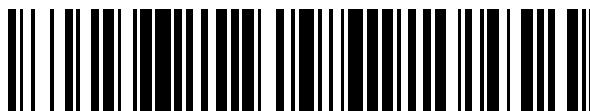


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 374 868**

51 Int. Cl.:

C11D 1/645 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 3/18 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 1/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09707199 .7**

96 Fecha de presentación: **05.02.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2240561**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.10.2010**

54 Título: **COMPOSICIONES DE ADYUVANTES DE ACLARADO CON CARACTERÍSTICAS MEJORADAS.**

30 Prioridad:
08.02.2008 US 68622

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.02.2012

73 Titular/es:
**Evonik Degussa GmbH
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:
**NAGY, Andras;
MOHAMMED, Saiid;
PARRISH, Dennis;
SCHICK, Georg y
HAMANN, Ingo**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

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).

ES 2 374 868 T3

DESCRIPCIÓN

Composiciones de adyuvantes de aclarado con características mejoradas

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones, preferiblemente microemulsiones, que contienen compuestos de dialquildietanolamonio cuaternarios esterificados, componentes hidrófobos y, opcionalmente, agua. Las composiciones se pueden utilizar como coadyuvantes de aclarado para facilitar el secado de superficies duras, y serán especialmente útiles en el lavado automático de automóviles.

Antecedentes de la invención

Agentes adyuvantes del aclarado se aplican en lavados automáticos de automóviles para fomentar el secado de superficies húmedas después de haber limpiado un vehículo. Típicamente, composiciones de este tipo contienen una sustancia hidrófoba, un emulsionante catiónico (p. ej. un compuesto de dialquil-dimetil-amonio cuaternario, o un tensioactivo cuaternario de imidazolina), disolventes (habitualmente glicol-éteres y/o alcoholes) y, opcionalmente, co-emulsionantes (generalmente tensioactivos no iónicos o anfóteros tales como etoxilatos de alcoholes, etoxilatos de amina, betaínas, etc.). Durante el lavado de un vehículo, el uso de agentes tensioactivos en el agua de lavado resulta en la formación de una película de agua continua, firmemente adherente, sobre la superficie del vehículo. Esta película ha de ser retirada para fomentar el secado y evitar la formación de manchas o rayas debidas a la presencia de sales y otras impurezas en el agua. Para conseguir esto, se añaden al agua, en la fase de aclarado, compuestos de amonio cuaternario tensioactivos y componentes hidrófobos. Debido a la adsorción del tensioactivo catiónico y al componente hidrófobo sobre la superficie de pintura, la película de agua se abre y las gotas de agua pueden entonces ser fácilmente eliminadas por medio de un ventilador.

Muchos de los ingredientes típicamente utilizados en los coadyuvantes de aclarado tienen características medioambientales y de comportamiento indeseables tales como una deficiente biodegradabilidad o incluso toxicidad, un olor desagradable, inflamabilidad y un elevado contenido en compuestos orgánicos volátiles (VOC – siglas en inglés). Además, a menudo, estas composiciones se encuentran en forma de emulsiones que pasan por una fase de gel viscoso tras la dilución. Esto las hace difíciles de aplicar en operaciones automatizadas para el lavado de automóviles, ya que pueden obturar las boquillas atomizadoras e interfieren en el funcionamiento adecuado de bombas dosificadoras.

La solicitud de EE.UU. US 2005/0014672 está dirigida a un aditivo coadyuvante del aclarado y a composiciones coadyuvantes de aclarado que contienen el aditivo. El aditivo incluye: un componente de amonio cuaternario de amido-amina derivado de una fuente no animal; un primer derivado de etoxilato de amina primaria derivado de una fuente no animal; y un segundo etoxilato de amina primaria derivado de una fuente animal.

Los documentos US 6.235.914, US 6.376.455 y US 6.458.343 se refieren a compuestos de amonio cuaternario y a formulaciones de los mismos que son útiles como composiciones de limpieza, compuestos antiestáticos, despegadores (“debonder”) del papel, suavizantes de tejidos, acondicionadores del cabello, acondicionadores de la piel, agentes para el destintado del papel y de flotación para tintas, agentes de emulsión para asfaltos, agentes inhibidores de la corrosión, agentes de flotación para minerales, agentes de emulsión plaguicidas, sprays, coadyuvantes para el secado de automóviles, aditivos para el fluido de perforación, y similares.

El documento US 5.703.029 está dirigido a composiciones para el abrillantado en seco de automóviles, diluibles con agua, que tienen una fuerte acción hidrofobizante y que se utilizan en líquidos de aclarado en instalaciones para el lavado de automóviles. Las composiciones descritas contienen compuestos cuaternarios de ésteres que son los productos de reacción de alcanolaminas y ácidos grasos, un co-emulsionante de amina grasa y un disolvente de glicoléter.

El documento US 6.255.274 se refiere a polímeros desprendedores de la suciedad en detergentes, agentes de limpieza y suavizantes de tejidos. Estos últimos contienen compuestos cuaternarios de ésteres que son los productos de reacción de alcanolaminas y ácidos grasos y que están adicionalmente cuaternizados con agentes alquilantes o hidroxi-alquilantes habituales. Son particularmente preferidos compuestos cuaternarios de éster de tipo trietanolamina y metil-dietanolamina.

El documento EP 1 323 817 B1 describe preparados catiónicos para la limpieza de superficies duras que contienen compuestos cuaternarios de ésteres con grupos acilo derivados de ácidos grasos C_8 - C_{22} insaturados con índices de yodo de 100 a 150 en calidad de tensioactivos catiónicos.

El documento EP 1 840 197 A1 se refiere a una composición para el aclarado y secado de vehículos, que comprende al menos una sal de adición de un amino-éster. Los ejemplos comparativos describen composiciones que comprenden un compuesto cuaternario de trietanolamina y éster de ácido oleico, un componente hidrófobo, un co-emulsionante de amina etoxilada y un disolvente de butil-glicol.

El documento US 5.827.451 describe microemulsiones de aceite en agua isotrópicas que contienen un componente aceite de un ácido graso, alcohol graso o éster del mismo; un componente de amonio cuaternario; un componente éter; y agua. Las microemulsiones pueden utilizarse para formar películas hidrófobas sobre superficies duras, haciéndolas útiles en lavados de automóviles.

El documento EP 0 421 146 describe composiciones biodegradables que se pueden utilizar como agentes de secado de las superficies de pintura. Las composiciones contienen un tensioactivo catiónico, un emulsionante, un disolvente y un componente oleoso.

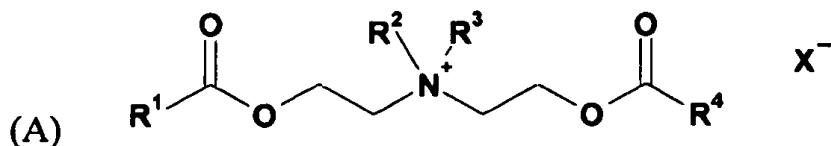
El documento US 5.391.325 describe composiciones para aclarar y secar vehículos, que comprende un emulsionante catiónico, un éster de ácido graso de un alcohol con 1 a 5 átomos de carbono y un solubilizante, el cual puede ser un disolvente de glicol-éter o un óxido de amina.

A pesar de que la técnica anterior describe composiciones que son útiles como coadyuvantes de aclarado, composiciones conocidas que contienen emulsionantes biodegradables proporcionan, habitualmente, emulsiones de una estabilidad inferior y son menos eficaces como coadyuvantes de aclarado. Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad de composiciones coadyuvantes de aclarado con componentes biodegradables que formen emulsiones estables e impartan a las superficies duras un revestimiento hidrófobo duradero que fomente los tiempos de secado cortos a concentraciones de uso bajas. Además, sería muy deseable que estas composiciones no formen geles durante la dilución.

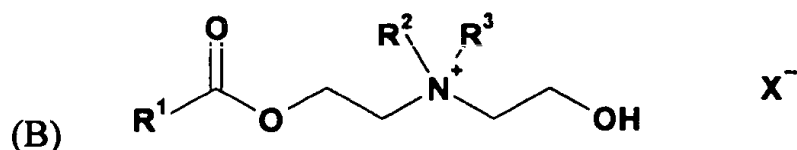
Sumario de la invención

La presente invención se basa en el desarrollo de composiciones coadyuvantes de aclarado que exhiben un biodegradabilidad mejorada y una elevada durabilidad y cinética de secado sobre superficies duras. Las composiciones forman emulsiones estables, preferiblemente microemulsiones, que requieren menos disolvente y co-emulsionantes que las composiciones de la técnica anterior. Las composiciones de la invención se pueden diluir con agua para formar emulsiones diluidas que pueden ser pulverizadas sobre superficies duras tales como automóviles, sin la formación de geles viscosos. Los coadyuvantes de aclarado contienen un emulsionante catiónico que se adhiere a superficies duras y extiende uniformemente el componente hidrófobo emulsionado para crear un revestimiento hidrófobo, reluciente, que elimina "en forma de láminas" el agua o la recoge en gotitas que pueden ser fácilmente separadas mediante ventiladores. Estas características hacen a los adyuvantes de aclarado especialmente bien adecuados para uso en el lavado automático de automóviles.

En su primer aspecto, la invención se dirige a una composición adyuvante de aclarado que contiene, como mínimo, un emulsionante y un componente hidrófobo. El emulsionante comprende dos componentes: al menos un compuesto cuaternario de éster de fórmula A que contiene dos grupos éster:



y al menos un compuesto cuaternario de éster de fórmula B que contiene un grupo éster:



Para los dos componentes A y B, R^1 y R^4 son, cada uno independientemente, un alquilo o alquenilo C_7-C_{21} ; R^2 y R^3 son, cada uno independientemente, un alquilo C_1-C_6 , y X^- es un anión orgánico o inorgánico. Los compuestos de fórmula A constituyen más del 70% en peso de la cantidad total de compuestos de las fórmulas A y B. El componente hidrófobo es un éster que tiene un número total de carbonos de 9 a 60 átomos de carbono, o un aceite

mineral.

La composición puede comprender, además, agua en forma de una emulsión, preferiblemente una microemulsión. Aparte de estos componentes, las composiciones de adyuvantes de aclarado también pueden incluir, opcionalmente, disolventes orgánicos y/o co-emulsionantes.

En otro aspecto, la invención se dirige a un método para tratar una superficie dura para reducir la humectación con agua de dicha superficie aplicando una emulsión acuosa de la composición de la invención.

10 Descripción detallada de la invención

Las composiciones de adyuvantes de aclarado de la presente invención contienen un emulsionante de compuesto cuaternario de éster basado en dietanolamina (DEA) y un componente hidrófobo. El emulsionante comprende dos componentes, al menos un compuesto cuaternario de diéster de fórmula A arriba mostrado que contiene dos grupos éster, y al menos un compuesto cuaternario de monoéster de fórmula B mostrado arriba que contiene un grupo éster.

Los grupos R^1 y R^4 en las fórmulas A y B son cada uno, independientemente, un grupo alquilo o alquenilo C_7-C_{21} . Los grupos preferidos para R^1 y R^4 son grupos alquilo o alquenilo $C_{11}-C_{17}$ lineales. Preferiblemente, los grupos R^1 y R^4 son grupos alquilo o alquenilo de ácidos grasos, y pueden ser mezclas de grupos alquilo dentro del intervalo reivindicado derivado de ácidos grasos de origen natural. Los grupos más preferidos para R^1 y R^4 son grupos alquilo o alquenilo de ácido graso de coco o ácido graso de colza. El componente de compuesto cuaternario de diéster de fórmula A constituye más del 70 por ciento en peso (% en peso) del emulsionante, es decir, de la cantidad total de compuesto de fórmulas A y B. Son incluso más preferidos porcentajes mayores de compuestos cuaternarios de diéster de fórmula A mayores que 80% en peso. El emulsionante comprende, preferiblemente, hasta 99,9% en peso de compuestos cuaternarios de diéster de fórmula A. Cuanto más alto sea el contenido en compuesto cuaternario de diéster del emulsionante, tanto mejor será su poder de emulsión.

Los grupos R^2 y R^3 en las fórmulas A y B son cada uno, independientemente, un grupo alquilo C_1-C_6 . Preferiblemente, al menos uno de ellos es metilo y, lo más preferiblemente, tanto R^2 como R^3 son metilo.

X^- es un anión orgánico o inorgánico, preferiblemente un anión monovalente. Aniones inorgánicos adecuados que se pueden utilizar incluyen Br^- ; Cl^- ; F^- ; NO_3^- ; PO_4^{3-} ; HPO_4^{2-} ; $H_2PO_4^-$ y SO_4^{2-} . Aniones orgánicos adecuados incluyen $CH_3OSO_3^-$; $C_2H_5OSO_3^-$; $(CH_3O)_2PO_2^-$; acetato y formiato.

Ejemplos de compuestos cuaternarios de diéster específicos de fórmula A son: éster dietílico de sebo y cloruro de dimetil-amonio-metilo; éster dietílico de coco y cloruro de dimetil-amonio; éster dietílico de coco y metosulfato de dimetil-amonio; y éster dietílico de colza y metosulfato de dimetil-amonio.

Los emulsionantes de la invención se pueden preparar por métodos conocidos a partir de la técnica anterior. Un modo adecuado de preparar el emulsionante es haciendo reaccionar una alquildietanolamina con un ácido graso para formar una mezcla del monoéster y diéster de dialquildietanolamina. Esta mezcla se cuaterniza posteriormente con un agente alquilante tal como sulfato de dimetilo o cloruro de metilo.

Tal como se utiliza en esta memoria, el término "componente hidrófobo" se refiere a un compuesto que es insoluble o sólo escasamente soluble en agua, tiene una baja volatilidad y no actúa como un tensioactivo en mezclas acuosas. La solubilidad del componente hidrófobo en agua es preferiblemente menor que 0,1 g/l, y la presión de vapor del componente hidrófobo es preferiblemente menor que 0,2 mbar a 20°C. Mezclas de agua y del componente hidrófobo muestran preferiblemente una tensión superficial de la fase acuosa en la interfaz agua-aire que es al menos 20% del valor del agua pura. Los componentes hidrófobos son aceites minerales, por ejemplo aceite mineral de "foca", o ésteres que tienen un número total de carbonos de 9 a 60 átomos de carbono, más preferiblemente ésteres de un ácido monocarboxílico con un alcohol alifático monovalente. Los más preferidos son ésteres de un ácido graso o mezclas de ácidos grasos y un alcohol alifático que tenga de 6 a 12 átomos de carbono, en particular un alcohol de cadena ramificada. Los ésteres son preferiblemente biodegradables. En el contexto de esta invención, la expresión "éster biodegradable" representa un compuesto de éster que muestra una reducción de carbono orgánico disuelto de al menos 70% en el ensayo C y una demanda de oxígeno de al menos el 60% del valor teórico en el ensayo E de las directrices de la OCDE 301 para la biodegradabilidad. Ejemplos de los componentes hidrófobos más preferidos son laurato de iso-octilo, palmitato de iso-octilo y estearato de iso-octilo.

La relación en peso de componente hidrófobo a emulsionante en la composición de adyuvantes de aclarado es preferiblemente 0,01 a 100, más preferiblemente 0,1 a 10 y, lo más preferiblemente, 0,5 a 2,0.

Las composiciones de adyuvantes de aclarado de la presente invención contienen preferiblemente además agua, además del emulsionante y del componente hidrófobo, y son emulsiones, preferiblemente emulsiones de aceite en agua. Preferiblemente, las emulsiones contienen 1 a 40% en peso de emulsionante, 1 a 40% en peso de componente hidrófobo y 20 a 98% en peso de agua. Las más preferidas son microemulsiones de aceite en agua.

5 Microemulsiones son emulsiones termodinámicamente estables que tienen un tamaño de gotitas de la fase dispersa menor que la longitud de onda de la luz visible. Debido al pequeño tamaño de las gotitas, microemulsiones de este tipo son translúcidas o transparentes. Existen varias razones por las que se prefieren microemulsiones. Gotitas más pequeñas pueden ser distribuidas más uniformemente sobre una superficie tras la aplicación y, por lo tanto, crearán una cubierta de la superficie más uniforme, estética y continua. Microemulsiones de aceite en agua son estables,

10 transparentes o translúcidas, y conservan las propiedades tanto de la fase en aceite (hidrofobicidad) como de la fase en agua (capacidad de dilución). Además, las microemulsiones tienen una elevada relación de emulsionante/aceite en comparación con emulsiones regulares, y esto contribuye a un efecto hidrófobo reforzado.

Aparte de los componentes arriba descritos, las composiciones de adyuvantes de aclarado también pueden incluir,

15 opcionalmente, disolventes orgánicos y/o, co-emulsionantes.

Típicamente, la relación en peso de disolvente orgánico a emulsionante será de 0,05 a 1,0 y el disolvente constituirá de 1 a 10% en peso de la composición. Disolventes adecuados incluyen glicoles, glicol-éteres, alcoholes y sus derivados. Disolventes preferidos son alcoholes de cadena corta, lo más preferiblemente isopropanol.

20

Los co-emulsionantes constituirán típicamente de 1 a 10% en peso de la composición, y estarán presentes a una relación ponderal de co-emulsionante a emulsionante de 0,05 a 1,0. Co-emulsionantes adecuados son tensioactivos no iónicos o anfóteros. Co-emulsionantes preferidos son etoxilatos de aminas grasas y etoxilatos de alcoholes grasos.

25

En un aspecto particularmente preferido de la invención, las composiciones de adyuvantes de aclarado se preparan con componentes hidrófobos de éster y aceite biodegradables y disolventes no contaminantes y co-emulsionantes para proporcionar una composición biodegradable por completo.

También pueden incluirse en las composiciones y puede ser deseable para determinadas aplicaciones muchos otros aditivos. Ejemplos de otros aditivos incluyen tintes, colorantes, abrillantadores ópticos, absorbedores de UV, agentes perlizantes, fragancias, neutralizantes del olor, conservantes, suavizantes del agua, agentes quelantes, estabilizantes, agentes antimicrobianos, agentes para el control del pH, modificadores de la viscosidad, agentes desprendedores de suciedad, agentes para el control de la espuma y agentes espumantes.

30

Las composiciones de adyuvantes de aclarado de la presente invención se pueden preparar mezclando juntos la totalidad de los ingredientes, excepto el agua, hasta que se vuelvan homogéneos. El agua se añade después a la mezcla bajo agitación intensa. La transparencia de la emulsión formada es un indicador de su estabilidad, siendo las microemulsiones esencialmente transparentes. Las composiciones deberían ser claras, estables, no viscosas y fácilmente diluibles por parte del agua.

35

40

En otro aspecto, la invención se dirige a un método para tratar una superficie para reducir la humectación con agua de la superficie aplicando una emulsión acuosa de cualquiera de las composiciones arriba descritas a la superficie. La emulsión aplicada a la superficie se prepara preferiblemente diluyendo una composición según se describe arriba con agua, preferiblemente con 10 a 10000 partes en peso de agua y, lo más preferiblemente, con 100 a 1000 partes en peso de agua, para formar la composición de aclarado final. Debido a la naturaleza catiónica del emulsionante, las gotitas de aceite de la emulsión se adherirán a la superficie y se extenderán uniformemente y se anclarán al componente hidrófobo emulsionado para crear una película protectora hidrófoba y reluciente que permitirá que el agua sea desprendida "en forma de láminas" o sea recogida para formar gotitas que pueden ser fácilmente separadas por parte de ventiladores.

45

50

La emulsión acuosa, es decir, la composición de aclarado final, se puede rociar sobre la superficie de un vehículo como parte de un proceso automatizado para el lavado de automóviles. Esto se haría habitualmente rociando la emulsión acuosa sobre la superficie húmeda después de haber lavado el vehículo con detergentes y serviría para fomentar el secado y dejar un revestimiento reluciente y duradero sobre el vehículo para un aspecto mejorado.

55

Las composiciones de adyuvantes de aclarado de la invención son fácilmente diluibles, ya sea antes de la aplicación o en el momento de la aplicación, sin la formación de geles viscosos. Esto permite una dosificación de la composición inyectando una cantidad predeterminada en una tubería de suministro de agua de aclarado en un lavado automatizado de automóviles. Una vez diluidas, las composiciones se pueden bombear a través de boquillas atomizadoras y sobre superficies húmedas de los vehículos que fueron limpiados en etapas previas. Una vez aplicada, la emulsión penetra rápidamente a través de la película de agua y el emulsionante catiónico positivamente

60

cargado se adhiere electrostáticamente a la superficie del vehículo cargada negativamente. El componente hidrófobo emulsionado se extiende entonces uniformemente sobre la superficie del vehículo e interrumpe la continuidad de la película de agua, creando "islas" secas sobre la superficie. El resto del agua es "desplazada" en "láminas" continuas (formación de láminas) o es recogida para formar gotitas (formación de perlas) y puede ser fácilmente separada con ventiladores de aire a alta velocidad. El resultado es una superficie seca y reluciente con un revestimiento protector. Finalmente, esta película protectora será separada por lavado como resultado de múltiples lluvias o con la siguiente operación de lavado del automóvil y, en última instancia, terminará en plantas de tratamiento de aguas residuales o en el medio ambiente (ríos, lagos, etc.). Así, la biodegradabilidad y perfil medioambiental de los adyuvantes de aclarado ofrecen una ventaja significativa.

Se encontró que las composiciones de adyuvantes de aclarado de la invención exhiben una buena estabilidad y superan a los adyuvantes de aclarado que contienen emulsionantes de compuestos cuaternarios de éster y trietanolamina con respecto tanto a la durabilidad como a la cinética del secado, es decir, los adyuvantes de aclarado de la invención fomentan tiempos de secado más cortos y forman un revestimiento hidrófobo sobre vehículos que dura más tiempo. Cuando se compara con emulsionantes de compuestos cuaternarios de éster y trietanolamina, las composiciones de adyuvantes de aclarado de la invención forman emulsiones estables que contienen una mayor proporción de componente hidrófobo o una menor proporción de disolvente o co-emulsionante y, por lo tanto, pueden proporcionar el efecto hidrofobizante deseado sobre una superficie dura con menor cantidad de productos químicos.

Una elevada cantidad de componente compuesto cuaternario de diéster mejora la estabilidad de las emulsiones formadas a partir de las composiciones de la invención y agua y permite la preparación de emulsiones estables a partir de composiciones que tengan un elevado contenido en componente hidrófobo. Proporciona también una mejora adicional en el comportamiento del adyuvante de aclarado en relación con la durabilidad y la cinética de secado.

Ejemplos

A. Nomenclatura

DADMAC de coco es un cloruro de dialquil-dimetilamonio con grupos alquilo derivados de ácido graso de coco. DEEDMAC de coco es un cloruro de diaciloxietil-dimetilamonio preparado a partir de ácido graso de coco y metildietanolamina en una relación molar de 1,8:1. DEEDMAMS de coco es un metilsulfato de diaciloxietil-dimetilamonio preparado a partir de ácido graso de coco y metildietanolamina en una relación molar de 1,8:1. DEEDMAMS de colza es un metilsulfato de diaciloxietil-dimetilamonio preparado a partir de ácido graso de colza y metildietanolamina en una relación molar de 1,8:1. TEEMAMS de colza es un metilsulfato de diaciloxietil-hidroxietil-metilamonio preparado a partir de ácido graso de colza y trietanolamina en una relación molar de 1,78:1. DPnb es dipropilén-glicol-n-butíler. Aceite mineral de "foca" es un destilado medio de la nafta del petróleo alifático. TMPDEO es 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol etoxilado. Deceth 4 es un etoxilato de alcohol graso C₁₀ (4EO).

B. Métodos de ensayo

Ensayo de la estabilidad

Se realizaron ensayos de la estabilidad inicial determinando si una microemulsión seguía siendo homogénea y clara durante al menos 24 horas a 40°C, a la temperatura ambiente (TA), 5°C y en ensayos de estabilidad de congelación-descongelación. Estos últimos ensayos se realizaron manteniendo una composición a -25°C durante 24 horas, y dejando luego que la muestra se descongelara hasta la temperatura ambiente. Una composición estable debería volver a un estado homogéneo sin agitación o sacudimiento alguno.

La estabilidad a largo plazo se determinó manteniendo composiciones durante un período de 3 meses a 40°C, temperatura ambiente y 5°C.

Ensayo de comportamiento sobre superficies de vidrio

Se eligió el vidrio para realizar ensayos de durabilidad y de cinética de secado. Después de una limpieza a fondo con detergentes y disolventes, las superficies de vidrio se secaron y se trataron a la llama. Esto se realizó para separar los contaminantes, de modo que los resultados del ensayo reflejaran solamente el comportamiento de los diversos adyuvantes de aclarado y los revestimientos hidrófobos investigados.

Durabilidad

La durabilidad de la película hidrófoba, creada al pulverizar una composición de adyuvantes de aclarado diluida con 500 partes en peso de agua sobre superficies se determinó mediante mediciones del ángulo de contacto dinámico de avance utilizando el proceso descrito en el documento US 6.462.009, columnas 5 a 6 y 9 a 10, incorporado en esta memoria como referencia en su totalidad. Después de que un portaobjetos de microscopio tratado con adyuvante de aclarado se sumergiera en agua desionizada y se retirara, se determinan los ángulos de contacto de avance y de retroceso para las gotitas de agua sobre la superficie hidrófoba utilizando una microbalanza (método de la placa de Wilhelmy). Inmersiones repetidas/ciclos de aclarado imitan lluvias múltiples. Los ángulos de contacto superiores se asocian con una mayor formación de perlas, y un mayor ángulo de contacto después de múltiples ciclos es indicativo de un revestimiento con una mayor durabilidad.

Cinética de secado (mejora de la retención de agua durante la atomización)

Con el fin de investigar las propiedades de formación de láminas/formación de perlas del agua (velocidad de secado) de composiciones de adyuvantes de aclarado, una placa de vidrio de 30,5 centímetros por 30,5 centímetros se limpió a fondo, se secó y se trató a la llama. Después, la placa de vidrio se fijó a una balanza inclinada en un ángulo de 22,5 grados con respecto a la horizontal. La placa de vidrio fue rociada con agua destilada durante 30 segundos, fluyendo agua fuera de la placa de vidrio hacia los lados de la balanza. Después de la pulverización, se registró la ganancia de peso de la placa de vidrio humedecida frente a la placa de vidrio seca (W_1). Una composición de adyuvantes de aclarado diluida con 500 partes en peso de agua se pulverizó entonces sobre la placa de vidrio durante 10 segundos (imitando una etapa de aplicación con adyuvantes de aclarado en un equipo de lavado automático de vehículos) y se registró de nuevo la ganancia de peso de la placa de vidrio humedecida frente a la placa de vidrio seca (W_2). La retención de agua durante la pulverización se calculó como un porcentaje de W_2 frente a W_1 , es decir $W_2 / W_1 \times 100\%$. Una retención menor del agua es un indicio de una mejor formación de láminas de agua (mayor pérdida de agua). Una disminución en la retención del agua refleja una mejora en la velocidad de secado y, en última instancia, resulta en menores manchas sobre la superficie.

C. Preparación de composiciones de adyuvantes de aclarado

Composiciones de adyuvantes de aclarado con composiciones tales como las mostradas en las Tablas 1 y 2 se prepararon mezclando uniformemente todos los componentes, excepto el agua, y añadiendo lentamente el agua a las mezclas resultantes con rápida agitación. Las composiciones C y E se separaban en dos fases en el espacio de unos pocos minutos después de haber detenido la agitación. Todas las demás composiciones proporcionaban microemulsiones estables que pasaban el ensayo de estabilidad inicial y a largo plazo.

Tabla 1: Composiciones adyuvantes de aclarado

Función	Ingrediente Nombre	Composición (cantidad de ingrediente en % en peso)					
		A*	B	C*	D*	E*	F
Emulsionante	DADMAC de coco (al 79% en isopropanol)	20,00			22,20		
Emulsionante	DEEDMAMS de coco (al 70% en DPnB)		20,00				17,01
Emulsionante	TEEMAMS de colza (al 75% en DPnB)			38,45		16,98	
Componente hidrófobo	Aceite mineral de "foca"	25,00	25,00	19,23			
Componente hidrófobo	Palmitato de iso-octilo				22,20		
Componente hidrófobo	Laurato de iso-octilo					17,98	17,99
Disolvente	Etilen-glicol-n-butil-éter	5,00	5,01	3,87	6,70		
Disolvente	Decametilciclopentasiloxano					2,04	2,00
Disolvente	TMPDEO					7,59	7,60
Co-emulsionante	Amina de sebo etoxilada (5EO)				4,40		
Ajustador del pH	Ácido glicólico (al 70%)					0,55	0,51
Diluyente	Agua desionizada	50,00	49,99	38,45	44,50	54,87	54,89
* no de acuerdo con la invención							

Tabla 2: Composiciones adyuvantes de aclarado

Ingrediente		Composición (cantidad de ingrediente en % en peso)					
Función	Nombre	G*	H	I	J	K	L
Emulsionante	TEEMAMS de colza (al 75% en DPnB)	14,40					
Emulsionante	DEEDMAMS de coco (al 70% en DPnB)		14,42	20,00			
Emulsionante	DEEDMAC de coco (al 80% en isopropanol)				20,01		
Emulsionante	DEEDMAMS de colza (al 80% en isopropanol)					14,04	13,62
Componente hidrófobo	Laurato de iso-octilo	10,00	10,00	21,12	20,01	23,95	21,12
Disolvente	Etilen-glicol-n-butil-éter	7,60	7,61	6,00	6,01	8,00	8,10
Disolvente	Decametilciclopentasiloxano	2,00	2,00				
Co-emulsionante	Deceth 4	3,00	3,01				3,89
Co-emulsionante	Amina de sebo etoxilada (5EO)			4,00	4,00	4,11	
Ajustador del pH	Ácido glicólico (al 70%)	0,52	0,51				
Diluyente	Agua desionizada	62,48	62,45	50,00	49,97	49,90	53,28
* no de acuerdo con la invención							

5 D. Resultados

Las composiciones de adyuvantes de aclarado descritas en las Tablas 1 y 2 se sometieron a ensayo en cuanto a la durabilidad y cinética de secado, y los resultados se muestran más abajo en las Tablas 3 y 4. Un ángulo de contacto elevado después de múltiples ciclos de aclarado indica una elevada durabilidad de la película hidrófoba creada por la composición de adyuvantes de aclarado cuando se emplea para aclarar una superficie dura. Una disminución en la retención del agua refleja una mejora en la velocidad de secado.

Tabla 3: Durabilidad de la película hidrófoba creada por las composiciones de adyuvantes de aclarado

Ciclo de aclarado	Ángulos de Contacto de Avance (Grados)								
	A*	B	D*	F	G*	H	1	K	L
1	93,2	87,5	90,0	94,4	78,4	94,3	94,2	88,2	90,4
2	88,0	84,4	88,4	94,8	77,6	93,8	91,5	85,8	84,0
3	86,6	83,0	87,1	93,4	76,1	94,4	91,4	85,6	81,8
4	85,8	83,3	87,5	93,5	73,5	92,9	91,2	84,5	80,8
5	85,2	82,9		93	72,7	94,0	92,1	83,3	78,6
6	83,7	82,7	87,1	93,3	69,7	94,0	91,3	81,5	75,8
7	81,1	81,0	87,3	93,4	67,7	94,0	91,1	86,0	73,8
8	82,9	84,3	84,4	94,1	70,7	93,5	91,3	83,3	70,9
9	82,9	83,3			67,5	94,1	90,1	84,0	71,2
10	82,1	81,3		93,9	69,9	93,8	89,7	80,6	67,7
* no de acuerdo con la invención									

Tabla 4: Retención del agua en el ensayo de la cinética de secado

Composición	A*	B	D*	F	G*	H	I	K
Retención de agua en %	77,6	88,5	80,3	80,6	94	69,1	77,5	77,3
* no de acuerdo con la invención								

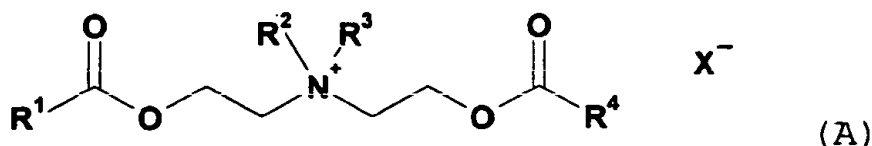
- 5 Las composiciones A, B y C demuestran que las composiciones reivindicadas se pueden formular con un componente hidrófobo de aceite mineral de la misma manera que las composiciones de la técnica anterior que contienen un emulsionante de compuesto cuaternario de dialquildimetilamonio no biodegradable, mientras que el emulsionante de compuesto cuaternario de éster y TEA biodegradable, conocido de la técnica anterior, no formaba una emulsión estable con un componente hidrófobo de aceite mineral, incluso a una relación de emulsionante a componente hidrófobo elevada. Las composiciones D, E y F demuestran que esto mismo es cierto para las composiciones formuladas con un componente hidrófobo de aceite y éster biodegradable a una relación ponderal de emulsionante a componente hidrófobo de 1:1. El emulsionante de compuesto cuaternario de éster y TEA no formaba una emulsión estable en la composición E, mientras que la composición F de acuerdo con la invención era una microemulsión estable. El emulsionante de compuesto cuaternario de éster y TEA formaba emulsiones estables solamente para relaciones ponderales de emulsionante a componente hidrófobo elevadas tales como una relación de 1,4:1 en la composición G. Las composiciones reivindicadas tienen un mejor poder emulsionante y proporcionan microemulsiones estables con menos emulsionantes, p. ej. a una relación ponderal de emulsionante a componente hidrófobo de 1:1,7 según se demuestra por la composición K. El elevado poder emulsionante de las composiciones reivindicadas permite la formulación de microemulsiones estables sin un disolvente de etilen-glicol-éter y sin un co-emulsionante (composición F).
- 10
- 15
- 20 Las composiciones reivindicadas que contienen un componente hidrófobo de aceite y éster proporcionan también una cinética de secado mejorada y una superior durabilidad del efecto del adyuvante de aclarado, ambos cuando se comparan con un emulsionante de compuesto cuaternario de dialquildimetilamonio no biodegradable tradicional (composición I frente a D) o con un emulsionante de compuesto cuaternario de éster y TEA de la técnica anterior (composición H frente a G). Estas composiciones permiten la formulación de adyuvantes de aclarado totalmente biodegradables con una eficacia del adyuvante de aclarado mejorada.
- 25

REIVINDICACIONES

1.- Un método para tratar una superficie dura para reducir la humectación con agua de dicha superficie, en donde una emulsión acuosa que comprende una composición de adyuvantes de aclarado se aplica a dicha superficie, comprendiendo dicha composición de adyuvantes de aclarado:

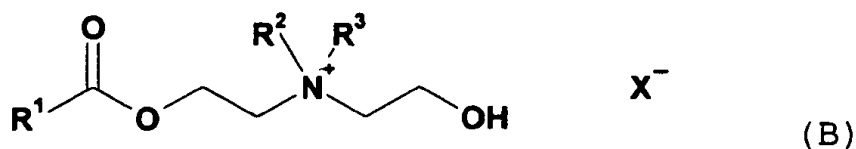
a) un emulsionante que comprende

i) al menos un compuesto de fórmula A:



y

ii) al menos un compuesto de fórmula B:



en donde para los dos compuestos A y B:

R^1 y R^4 son cada uno, independientemente, un alquilo o alquenilo C_7-C_{21} ;

R^2 y R^3 son cada uno, independientemente, un alquilo C_1-C_6 ;

X es un anión orgánico o inorgánico,

y en donde los compuestos de fórmula A constituyen más del 70% en peso de la cantidad total de compuestos de las fórmulas A y B; y

b) un componente hidrófobo que es un éster que tiene un número total de carbonos de 9 a 60 átomos de carbono, o un aceite mineral.

2.- El método de la reivindicación 1, en el que dicha emulsión acuosa se prepara diluyendo dicha composición de adyuvantes de aclarado con 100 a 1000 partes en peso de agua.

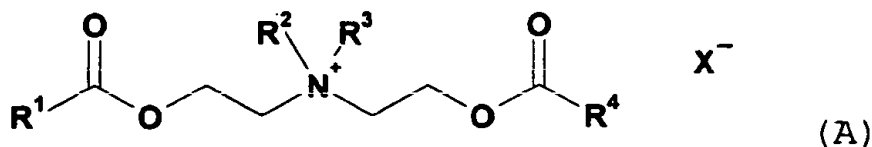
3.- El método de la reivindicación 1, en el que dicha composición se pulveriza sobre la superficie de un vehículo como parte de un proceso automatizado para el lavado de automóviles.

4.- El método de la reivindicación 1, en el que dicha composición se pulveriza sobre la superficie húmeda de dicho vehículo después del lavado.

5.- Una composición de adyuvantes de aclarado, que comprende

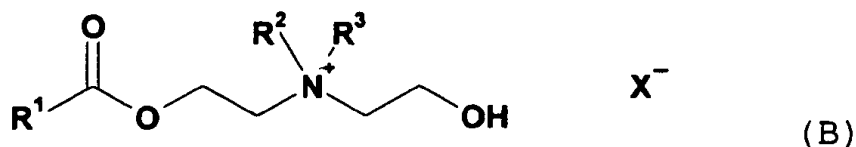
a) un emulsionante que comprende

i) al menos un compuesto de fórmula A:



y

ii) al menos un compuesto de fórmula B:



- en donde para los dos compuestos A y B:
 R^1 y R^4 son cada uno, independientemente, un alquilo o alquenilo C_7-C_{21} ;
 R^2 y R^3 son cada uno, independientemente, un alquilo C_1-C_6 ;
X es un anión orgánico o inorgánico,
y en donde los compuestos de fórmula A constituyen más del 70% en peso de la cantidad total de compuestos de las fórmulas A y B; y
b) un componente hidrófobo que es un éster de un ácido monocarboxílico con un alcohol alifático monovalente, teniendo dicho éster un número total de carbonos de 9 a 60 átomos de carbono, o un aceite mineral.
- 6.- La composición de la reivindicación 5, en donde R^1 y R^4 son cada uno, independientemente, un grupo alquilo o alquenilo $C_{11}-C_{17}$ lineal.
- 7.- La composición de la reivindicación 5, en donde R^1 y R^4 son grupos alquilo y alquenilo de ácidos grasos seleccionados del grupo de ácidos grasos de coco y ácidos grasos de colza.
- 8.- La composición de la reivindicación 5, en donde R^2 y R^3 son CH_3 .
- 9.- La composición de la reivindicación 5, en donde el ácido monocarboxílico es un ácido graso o una mezcla de ácidos grasos, y el alcohol es un alcohol alifático de cadena ramificada con 6 a 12 átomos de carbono.
- 10.- La composición de la reivindicación 5, en donde el componente hidrófobo es un éster biodegradable.
- 11.- La composición de la reivindicación 5, en donde la relación ponderal de componente hidrófobo a emulsionante es 0,01-100.
- 12.- La composición de la reivindicación 11, en donde la relación ponderal de componente hidrófobo a emulsionante es 0,5-2,0.
- 13.- La composición de la reivindicación 5, en donde dicha composición comprende, además, agua en forma de una emulsión.
- 14.- La composición de la reivindicación 13, en donde dicha emulsión es una microemulsión de aceite en agua.
- 15.- La composición de la reivindicación 13, en donde dicha composición comprende 1-40% en peso de emulsionante; 1-40% en peso de componente hidrófobo y 20-98% en peso de agua.
- 16.- La composición de la reivindicación 5, en donde dicha composición comprende, además, 1-10% en peso de un disolvente orgánico.
- 17.- La composición de la reivindicación 16, en donde dicho disolvente se selecciona del grupo que consiste en glicoles, glicol-éteres y alcoholes.
- 18.- La composición de la reivindicación 5, en donde dicha composición comprende, además, 1-10% en peso de un co-emulsionante.
- 19.- La composición de la reivindicación 18, en donde dicho co-emulsionante es un tensioactivo no iónico o anfótero.
- 20.- El método de la reivindicación 1, en el que dicha composición de adyuvantes de aclarado es una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 19.