

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 387 409**

51 Int. Cl.:

**C11D 1/62** (2006.01)

**C11D 3/20** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06840949 .9**

96 Fecha de presentación: **28.11.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1969108**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.09.2008**

54 Título: **Composiciones concentradas acondicionadoras de tela**

30 Prioridad:  
**05.01.2006 GB 0600144**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**21.09.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**21.09.2012**

73 Titular/es:  
**Unilever N.V.**  
**Weena 455**  
**3013 AL Rotterdam , NL**

72 Inventor/es:  
**BENTLEY, Richard Edward;**  
**CHARLTON, Ian David;**  
**GRAINGER, David Stephen;**  
**HOWARD, Jane y**  
**WESTWELL, Jeremy Robert**

74 Agente/Representante:  
**Pérez Barquín, Eliana**

**ES 2 387 409 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**

Composiciones concentradas acondicionadoras de tela

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones concentradas acondicionadoras de tela y en particular a una composición concentrada acondicionadora de tela que tiene una viscosidad deseable a lo largo de un intervalo de temperaturas.

10

**Antecedentes de la invención**

Se conoce proporcionar composiciones acondicionadoras de tela líquidas que suavizan en el ciclo de aclarado.

15 Dichas composiciones comprenden menos de 7,5% en peso de compuesto activo suavizante, en cuyo caso la composición se define como "diluida", de 8% a aproximadamente 30% en peso de compuesto activo en cuyo caso las composiciones se definen como "concentradas" o más de aproximadamente 30% en peso de compuesto activo, en cuyo caso la composición se define como "superconcentrada".

20 Las composiciones concentradas y superconcentradas son deseables puesto que requieren menos envasado y por lo tanto son medioambientalmente más compatibles que las composiciones diluidas o semidiluidas.

25 Un problema que se asocia con frecuencia con las composiciones concentradas y superconcentradas, como se han definido antes, es que el producto no es estable, en especial cuando se almacena a altas temperaturas. La inestabilidad se puede poner de manifiesto como un espesamiento del producto tras el almacenamiento, incluso hasta el punto de que el producto ya no se puede verter.

30 El problema del espesamiento tras el almacenamiento se aprecia en particular en las composiciones suavizantes de tela concentradas y superconcentradas que comprenden un material suavizante de tela de amonio cuaternario con enlace éster que tiene una o más cadenas de alquilo totalmente saturadas.

35 Otro problema que se sabe que afecta a las composiciones suavizantes de tela concentradas y superconcentradas que comprenden un material suavizante de tela de amonio cuaternario con enlace éster que tiene una o más cadenas de alquilo totalmente saturadas, es que la viscosidad inicial de una composición completamente formulada puede ser muy alta, hasta el punto de que la composición sustancialmente no se puede verter.

40 Sin embargo, es deseable usar compuestos con enlace éster debido a su biodegradabilidad inherente y usar compuestos suavizantes de tela de amonio cuaternario sustancialmente completamente saturado, debido a sus excelentes funciones suavizantes y porque son más estables a la degradación oxidativa (que puede conducir a la generación de mal olor) que los compuestos suavizantes de amonio cuaternario parcialmente saturado o completamente insaturado.

45 De los tipos de materiales de amonio cuaternario con enlace éster conocidos, es deseable usar aquellos basados en trietanolamina que producen al menos algún componente con enlace monoéster y al menos algún componente con enlace triéster, puesto que la materia prima tiene una temperatura de fusión baja que permite que el procedimiento de fabricación del componente se produzca a temperaturas bajas. Esto reduce las dificultades asociadas con la manipulación a temperatura alta, el transporte y procesamiento de las materias primas y las composiciones producidas a partir de estas.

50 El problema de la viscosidad inicial alta y la viscoestabilidad tras el almacenamiento se ha abordado previamente de varias formas.

55 Los procedimientos típicos para lograr productos concentrados estables con buena viscosidad, normalmente implican el uso de cotenisoactivos no iónicos o electrolito. Ambos procedimientos conducen a la dilución del producto que permite fabricar productos de mayor nivel activo. Sin embargo, ambos pueden ser problemáticos en cuanto que si se usa un exceso de sal o compuesto no iónico, la estabilidad del producto a largo plazo puede ser pobre. Las sales actúan para apantallar las cargas electrostáticas repulsivas entre las bicapas y entre las partículas. Los niveles bajos de sal pueden ser beneficiosos, y los niveles altos pueden conducir a la floculación de partículas y al espesamiento a lo largo del tiempo. Además, incluso el uso de niveles bajos puede ser restrictivo en términos de procesamiento puesto que prohíbe la molienda de alta cizalla por debajo de la temperatura de transición de fase, y en términos de incluir otros ingredientes beneficiosos puesto que los efectos en la floculación de la sal y el ingrediente beneficioso pueden ser aditivos. Típicamente se usa el tensioactivo no iónico para reducir el volumen de la fase mediante cambios de la microestructura. Cambia la forma predominante de liposomas de tamaño micrométrico a discos o fragmentos submicrométricos. Sin embargo, el exceso de tensioactivo no iónico puede conducir a la formación de niveles significativos de micelas libres en la fase continua. Se cree que estas micelas consisten en tensioactivos no iónicos y componentes solubilizados de los compuestos activos cuaternarios, dando a

65

las micelas y al conjunto carga catiónica. Se cree, por lo tanto, que dichas microestructuras producen el espesamiento por una interacción de tipo reducción. El exceso de tensioactivo no iónico también puede conducir a diluir productos indeseables que tienen tendencia a separarse en el almacenamiento.

5 Además, otros dos aspectos son especialmente deseables para la fabricación satisfactoria de dichos acondicionadores de tela concentrados. Primero, las formulaciones deben ser resistentes a la variedad y los niveles típicos de componentes de perfumes usados normalmente en las formulaciones de acondicionadores de tela. Los acondicionadores de tela típicos basados en compuestos cuaternarios de sebo endurecido tienen límites en sus niveles de perfume antes de que empiecen a producirse las inestabilidades. No solo esto, sino que históricamente  
10 también hay una serie de componentes de perfumes que se han tenido que eliminar de las composiciones de perfumes porque impactan en el comportamiento de algunos ayudantes de formulación no iónicos (véase por ejemplo, el efecto que tienen el eugenol y el linalool en el punto de enturbiamiento de compuestos no iónicos etoxilados; Tokuoka y col., *J. Coll. and Int. Sci*, Vo; 152 (No. 2) pág. 402-409 (1992).

15 Segundo, tiene que ser un medio resistente para controlar la viscosidad del producto mediante técnicas de procesamiento convencionales tales como la molienda. Una de las rutas más deseables mediante la cual se controla la viscosidad del producto es mediante la molienda de alta cizalla, hacia el final o al final del procedimiento cuando deja más libertad al operador para cumplir las especificaciones del producto. Esto a su vez reduce la cantidad de producto fuera de las especificaciones que tiene que volver a procesarse. Típicamente este procedimiento no ha  
20 sido posible con productos concentrados que no contienen tensioactivo no iónico. Se cree que esto se debe a que la molienda a baja temperatura en ausencia de tensioactivo no iónico produce la formación de fases laminares continuas de alta viscosidad.

Por lo tanto, se desean formulaciones resistentes que:

- 25
- i) puedan acomodar una amplia variedad de materiales de perfume,
  - ii) no necesiten sal o compuesto no iónico para lograr las propiedades líquidas deseadas, y
  - 30 iii) cumplan los requisitos de las especificaciones simplemente mediante una combinación de la formulación y el procesamiento.

Además, también es deseable usar compuestos activos de amonio cuaternario y éster totalmente saturados porque:

- 35
- i) son biodegradables, y
  - ii) no se oxidan y por lo tanto no decoloran, ni sufren malos olores por oxidación ni necesitan antioxidantes.

40 Se conoce el uso de ácidos grasos y/o alcoholes grasos en las composiciones acondicionadoras de tela que comprenden compuestos de amonio cuaternario con enlace éster (en lo sucesivo llamados compuestos cuaternario-éster).

El documento US 4844823 describe niveles de compuesto cuaternario:alcohol graso en el intervalo de 6,5:1 a 2,8:1.

45 El documento WO 2003/22972 describe un procedimiento para preparar formulaciones concentradas y diluidas basadas en compuesto cuaternario-éster y alcohol graso con una relación de compuesto cuaternario-monoéster (MEQ) a agente complejante graso de 1:5 a 5:1, incluyendo el perfume a o por encima de la temperatura de transición de fase para dar mejor estabilidad. Las composiciones preferiblemente contienen tensioactivo no iónico y todos los ejemplos contienen tensioactivo no iónico.

50 El documento WO 2003/22970 describe composiciones concentradas acondicionadoras de tela basadas en compuestos cuaternario-éster en combinación con agente complejante graso y tensioactivo no iónico. La relación de MEQ a agente complejante graso es de 5:1 a 1:5.

55 El documento WO 2003/22971 describe composiciones diluidas (menos de 7,5%) basadas en compuestos cuaternario-éster en combinación con agente complejante graso para mejorar las características suavizantes. La relación de MEQ a agente complejante graso es de 5:1 a 1:5.

60 El documento WO 2003/22967 describe un procedimiento de dilución de composiciones concentradas acondicionadoras de tela basadas en compuestos cuaternario-éster, por la adición de un agente complejante graso en la relación de 2,93:1 a 1:5 (MEQ a agente complejante graso).

Los documentos WO 2003/057400 y WO 2004/61066 describen composiciones que comprenden compuestos cuaternario-éster con agentes de espesamiento poliméricos. Todas las composiciones descritas usaban compuestos cuaternario-éster insaturados que se pueden manipular más fácilmente en las formulaciones concentradas mediante el uso de un electrolito.

El documento US 2003/0114337 describe un procedimiento para preparar una composición acondicionadora de tela líquida acuosa que comprende:

- 5 (a) 2,5-80% en peso de un material suavizante de amonio cuaternario con enlace éster, que comprende al menos un componente con enlace monoéster y al menos uno triéster,  
(b) un agente complejante graso, y

10 (c) perfume;

siendo la relación en peso del componente monoéster de (a) al compuesto (b) de 5:1 a 1:5; comprendiendo el procedimientos las etapas de:

- 15 (a) fundir conjuntamente el material cuaternario y el agente complejante graso; (b) añadir la masa fundida conjunta a agua calentada; (c) agitar la mezcla y (d) dejar que la mezcla se enfríe, en el que se añade el perfume en cualquier etapa del procedimiento con la condición de que se añada a o por encima de la temperatura de fusión de la masa fundida conjunta. En el ejemplo se describe una etapa de alta cizalla.

20 Ahora se ha encontrado que se pueden preparar composiciones concentradas acondicionadoras de tela que son resistentes al procesamiento de alta cizalla/envasado, a diferentes tipos y niveles de perfumes y tienen una viscosidad conveniente a lo largo de un intervalo de temperaturas, a partir de ingredientes específicos por molienda en frío.

## 25 **Sumario de la invención**

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela que comprende proporcionar:

- 30 de 8 a 30% en peso de un material suavizante de amonio cuaternario, que comprende una mezcla de componentes saturados con enlace monoéster, diéster y triéster,

un agente complejante graso seleccionado de ácidos grasos y alcoholes grasos, en una cantidad tal que el peso del material de amonio cuaternario con enlace monoéster al agente complejante graso sea de 2,5:1 a 1:2.

- 35 agua, y  
perfume;

- 40 careciendo la composición de tensioactivo no iónico y de electrolito añadido, y  
sometiendo la composición a una etapa de molienda en frío.

45 A diferencia de muchas de las composiciones de la técnica anterior, la invención no usa tensioactivos no iónicos ni electrolitos para controlar la viscosidad de las composiciones acondicionadoras de tela. En cambio, la invención permite preparar una composición acondicionadora de tela que comprende compuestos cuaternario-éster endurecidos, mediante molienda en presencia de cantidades específicas de un agente complejante graso. Las composiciones son tolerantes a una amplia variedad de perfumes en un amplio intervalo de pesos.

## 50 **Descripción detallada de la invención**

Las composiciones de la presente invención preferiblemente son composiciones acondicionadoras de aclarado, más preferiblemente composiciones acondicionadoras de aclarado acuosas para usar en el ciclo de aclarado de un procedimiento doméstico de lavado de ropa.

### 55 Material suavizante de tela de amonio cuaternario

60 El material acondicionador de tela usado en las composiciones de la presente invención comprende uno o más materiales de amonio cuaternario que comprenden una mezcla de compuestos saturados con enlace monoéster, enlace diéster y enlace triéster.

65 Por componentes con enlace mono, di y triéster, se entiende que el material suavizante de amonio cuaternario comprende, respectivamente, un compuesto de amonio cuaternario que comprende un solo enlace éster con una cadena de alquilo graso unida al mismo, un compuesto de amonio cuaternario que comprende dos enlaces éster cada uno de los cuales tiene una cadena de alquilo graso unida al mismo, y un compuesto de amonio cuaternario que comprende tres enlaces éster cada uno de los cuales tiene una cadena de alquilo graso unido al mismo.

A continuación se muestran los niveles típicos de componentes con enlace mono, di y triéster en un material suavizante de tela usado en las composiciones de la invención.

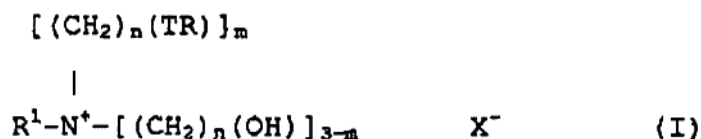
Componente	% en peso de la materia prima (suavizante basado en TEA con disolvente)
Monoéster	10-30
Diéster	30-60
Triéster	10-30
Ácido graso libre	0,2-1,0
Disolvente	10-20

5 El nivel de componente con enlace monoéster del material de amonio cuaternario usado en las composiciones de la invención preferiblemente es entre 8 y 40% en peso, basado en el peso total de la materia prima en el que se suministra el material de amonio cuaternario.

10 Preferiblemente, la longitud media de la cadena del grupo alquilo es al menos C<sub>14</sub>, más preferiblemente al menos C<sub>16</sub>. Lo más preferiblemente al menos la mitad de las cadenas tienen una longitud de C<sub>18</sub>.

En general se prefiere que las cadenas de alquilo sean predominantemente lineales.

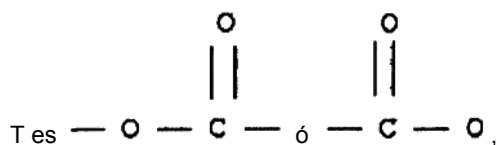
15 El material suavizante catiónico de amonio cuaternario con enlace éster preferido para usar en la invención, se representa por la fórmula (I):



20 en la que:

cada R se selecciona independientemente de un grupo alquilo C<sub>5-35</sub>,

25 R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo o hidroxialquilo C<sub>1-4</sub>,



30 n es 0 o un número entero de 1 a 4, m es 1, 2 ó 3, e indica el número de restos a los que se refiere que cuelgan directamente del átomo de N, y X<sup>-</sup> es un grupo aniónico, tal como haluros o alquilsulfatos, p. ej., cloruro, metilsulfato o etilsulfato.

35 Los materiales especialmente preferidos dentro de esta clase son metilsulfato de ésteres de dialquilo y trietanolamónio. Un ejemplo comercial de un compuesto de esta fórmula es Tetranyl® AHT-1 (metilsulfato de éster de di(sebo endurecido) y trietanolamónio 85% activo).

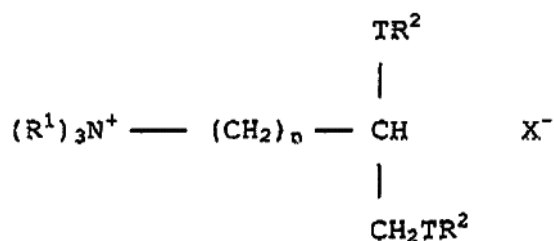
Un material suavizante de amonio cuaternario preferido de acuerdo con la fórmula I es una sal de amonio cuaternario de sebo endurecido y trietanolamina.

40 La sal de amonio cuaternario de sebo endurecido y trietanolamina se puede basar en la reacción de 2 moles de ácido graso de sebo endurecido con 1 mol de trietanolamina, seguido de cuaternización. En esta realización, la sal cuaternaria se puede preparar con sulfato de dimetilo.

Compuestos de amonio cuaternario excluidos

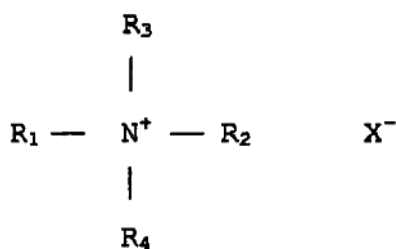
45 Los materiales suavizantes de tela de amonio cuaternario que no tienen enlaces éster, o si tienen enlaces éster no comprenden al menos algún componente monoéster y algún componente triéster, están excluidos del alcance de la

presente invención. Por ejemplo, los compuestos de amonio cuaternario que tienen las siguientes fórmulas están excluidos:



5

en la que  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$ , T, n y  $\text{X}^-$  son como se han definido antes; y



10 en la que de  $\text{R}_1$  a  $\text{R}_4$  son enlaces éster no interrumpidos,  $\text{R}_1$  y  $\text{R}_2$  son grupos alquilo o alqueno  $\text{C}_{8-28}$ ;  $\text{R}_3$  y  $\text{R}_4$  son grupos alquilo  $\text{C}_{1-4}$  o alqueno  $\text{C}_{2-4}$  y  $\text{X}^-$  es como se ha definido antes.

#### Agente complejante graso

15 Las composiciones de la presente invención comprenden un agente complejante graso.

Los agentes complejantes grasos especialmente adecuados incluyen alcoholes grasos y ácidos grasos. De estos los alcoholes grasos son los más preferidos.

20 Los ácidos grasos preferidos incluyen ácido graso de sebo endurecido (disponible con el nombre comercial Pristerene, ex Uniquema).

Los alcoholes grasos preferidos incluyen alcoholes  $\text{C}_{16-18}$  lineales endurecidos.

25 El agente complejante graso está presente en una cantidad mayor que de 0,5% a 15% en peso basado en el peso total de la composición. Más preferiblemente, el componente graso está presente en una cantidad de 0,75 a 10%, más preferiblemente de 1,0 a 5%, p. ej., de 1,25 a 4% en peso.

30 La relación en peso del componente monoéster del material suavizante de tela de amonio cuaternario al agente complejante graso es de 2,5 a 1:2.

#### Cálculo del componente con enlace monoéster del material de amonio cuaternario

35 El análisis cuantitativo del componente con enlace monoéster del material de amonio cuaternario se lleva a cabo mediante el uso de espectroscopía de RMN de  $^{13}\text{C}$  cuantitativa con esquema de desacoplamiento de  $^1\text{H}$  restringido inverso.

40 Primero se disuelve la muestra de masa conocida de la materia prima de amonio cuaternario en un volumen conocido de  $\text{CDCl}_3$  junto con una cantidad conocida de un material de ensayo tal como naftaleno. Después se registra un espectro de RMN de  $^{13}\text{C}$  de esta disolución usando tanto un esquema de desacoplamiento restringido inverso como un agente de relajación. El esquema de desacoplamiento restringido inverso se usa para asegurar que se suprime cualquier efecto Overhauser, mientras que el agente de relajación se usa para asegurar que se superan las consecuencias negativas de los tiempos de relajación  $t_1$  largos (es decir, se puede lograr una relación de señal a ruido adecuada en una escala de tiempo razonable).

45

Las intensidades de las señales de los picos característicos de los átomos de carbono tanto en el material de amonio cuaternario como en el naftaleno, se usan para calcular la concentración del componente con enlace monoéster del material de amonio cuaternario. En el material de amonio cuaternario, la señal representa el carbono del grupo nitrógeno-metilo en el grupo principal de amonio cuaternario. El desplazamiento químico del grupo

nitrógeno-metilo varía ligeramente debido al diferente grado de esterificación; los desplazamientos químicos característicos para los enlaces mono, di y triéster son 48,28, 47,97 y 47,76 ppm respectivamente. Después se puede usar cualquiera de los picos debido a los carbonos del naftaleno que no tienen interferencia con otros componentes, para calcular la masa del componente con enlace monoéster en la muestra, como sigue:

$$5 \quad \text{Masa}_{\text{MQ}} \text{ (mg/ml)} = (\text{masa}_{\text{Naf}} \times I_{\text{MQ}} \times N_{\text{Naf}} \times M_{\text{MQ}}) / (I_{\text{Naf}} \times N_{\text{MQ}} \times M_{\text{Naf}})$$

donde  $\text{Masa}_{\text{MQ}}$  = masa del material de amonio cuaternario con enlace monoéster en mg/ml,  $\text{masa}_{\text{Naf}}$  = masa de naftaleno en mg/ml,  $I$  = intensidad del pico,  $n$  = número de núcleos que contribuyen y  $M$  = masa molecular relativa. La masa molecular relativa del naftaleno usada es 128,17 y la masa molecular relativa del componente con enlace monoéster del material de amonio cuaternario se considera 526.

Así se puede calcular el porcentaje en peso del material de amonio cuaternario con enlace monoéster en la materia prima:

$$15 \quad \% \text{ de material de amonio cuaternario con enlace monoéster en la materia prima} = (\text{masa}_{\text{MQ}} / \text{masa}_{\text{HT-TEA}}) \times 100$$

donde  $\text{masa}_{\text{HT-TEA}}$  = masa del material de amonio cuaternario y tanto la  $\text{masa}_{\text{MQ}}$  como la  $\text{masa}_{\text{HT-TEA}}$  se expresan en mg/ml.

Para una discusión de la técnica de RMN, véase "100 and More Basic NMR Experiments", S. Braun, H-O Kalinowski, S. Berger, 1ª edición, páginas 234-236.

#### 25 Perfume

Las composiciones de la invención comprenden uno o más perfumes.

El perfume preferiblemente está presente en una cantidad de 0,01 a 10% en peso, más preferiblemente de 0,05 a 5% en peso, lo más preferiblemente de 0,5 a 4,0% en peso, basado en el peso total de la composición.

#### 30 Vehículo líquido

El vehículo líquido usado en las presentes composiciones es agua debido a su disponibilidad relativa a bajo coste, seguridad y compatibilidad medioambiental. El nivel de agua en el vehículo líquido es más de aproximadamente 50%, preferiblemente más de aproximadamente 80%, más preferiblemente más de aproximadamente 85% en peso del vehículo. El nivel de vehículo líquido es mayor de aproximadamente 50%, preferiblemente mayor de aproximadamente 65%, más preferiblemente mayor de aproximadamente 70%. Las mezclas de agua y un disolvente orgánico de bajo peso molecular, p. ej. <100, p. ej. un alcohol inferior tal como etanol, propanol, isopropanol o butanol, son útiles como vehículo líquido. Los alcoholes de bajo peso molecular, incluyendo alcoholes monohídricos, dihidricos (glicol, etc.), trihidricos (glicerol, etc.), y polihídricos (polioles), también son vehículos adecuados para usar en las composiciones de la presente invención.

#### 45 Suavizantes coactivos

También se pueden incorporar suavizantes coactivos para el tensioactivo catiónico, en una cantidad de 0,01 a 20% en peso, más preferiblemente de 0,05 a 10%, basado en el peso total de la composición. Los suavizantes coactivos preferidos incluyen ésteres grasos y N-óxidos grasos.

Los ésteres grasos preferidos incluyen monoésteres grasos, tales como monoestearato de glicerol. Si está presente el GMS, entonces se prefiere que el nivel de GMS en la composición sea de 0,01 a 10% en peso, basado en el peso total de la composición.

El suavizante coactivo también puede comprender un derivado de azúcar oleoso. Los derivados de azúcar oleosos, sus procedimientos de fabricación y sus cantidades preferidas se describen en el documento WO-A1-01/46361 en la página 5 línea 16 a la página 11 línea 20.

#### 60 Agentes de control de la viscosidad poliméricos

Es útil, aunque no esencial, que las composiciones comprendan uno o más agentes de control de la viscosidad poliméricos. Los agentes de control de la viscosidad poliméricos adecuados incluyen polímeros no iónicos y catiónicos, tales como éteres de celulosa con modificación hidrófoba (p. ej., Natrosol Plus, ex Hercules), almidones con modificación catiónica (p. ej. Softgel BDA y Softgel BD, ambos ex Avebe). Un agente de control de la viscosidad particularmente preferido es un copolímero de metacrilato y acrilamida catiónica disponible con el nombre comercial Flossoft 200 (ex SNF Floerger).

Los polímeros no iónicos y/o catiónicos están presentes preferiblemente en una cantidad de 0,01 a 5% en peso, más

preferiblemente de 0,02 a 4% en peso, basado en el peso total de la composición.

#### Otros ingredientes opcionales

- 5 También se pueden incorporar en las composiciones de la invención otros suavizantes no iónicos opcionales, bactericidas, agentes de eliminación de la suciedad.

10 Las composiciones también pueden contener uno o más ingredientes opcionales incluidos convencionalmente en composiciones acondicionadoras de tela, tales como agentes de tamponamiento del pH, vehículos de perfumes, agentes fluorescentes, colorantes, hidrótrofos, agentes antiespumantes, agentes de antirredeposición, enzimas, agentes abrillantadores ópticos, agentes antiencogimiento, agentes antiarrugas, agentes antimanchas, antioxidantes, protectores solares, agentes anticorrosión, agentes que imparten caída, agentes antiestáticos, ayudantes de planchado y tintes.

#### 15 Forma del producto

En su estado no diluido a temperatura ambiente, el producto comprende un líquido acuoso.

20 Las composiciones preferiblemente son dispersiones acuosas del material suavizante de amonio cuaternario.

#### 20 Uso del producto

25 La composición se usa preferiblemente en el ciclo de aclarado de una operación de lavado de productos textiles en casa, en la que se puede añadir directamente en un estado sin diluir a una lavadora, p. ej., por un cajón dispensador o, para una lavadora de carga superior, directamente en el tambor. Alternativamente, se puede diluir antes de usar. Las composiciones también se pueden usar en una operación doméstica de lavado de ropa a mano.

30 También se puede, aunque es menos deseable, usar las composiciones de la presente invención en operaciones industriales de lavado de ropa, p. ej., como un agente de acabado para suavizar las prendas nuevas antes de la venta a los consumidores.

#### Preparación

35 Las composiciones de la invención se pueden preparar de acuerdo con cualquier procedimiento adecuado, siempre que las composiciones se sometan a molienda en frío.

40 En un primer procedimiento preferido, el material de amonio cuaternario, el agente complejante graso y opcionalmente el perfume, se calientan juntos hasta formar una masa fundida conjunta. Después se calienta el agua y se añade la masa fundida conjunta al agua con agitación y la composición se somete a molienda en frío. Alternativamente, el perfume se puede añadir en caliente después de que se han añadido los ingredientes activos o se puede añadir en diferentes etapas del enfriamiento después de la adición del compuesto activo.

Preferiblemente, las composiciones de la invención se someten a molienda en frío de 1 a 2,5 volúmenes por lote.

#### 45 **Ejemplos**

La invención ahora se ilustrará mediante los siguientes ejemplos no limitantes. Otras modificaciones serán evidentes para el experto en la materia.

50 Las muestras de la invención se representan mediante un número. Las muestras comparativas se representan con una letra.

Todos los valores son % en peso del ingrediente activo salvo que se indique otra cosa.

#### 55 Ejemplo 1

Se prepararon las muestras descritas en la siguiente tabla 1:



Tabla 1

	A	X	B	C
Compuesto cuaternario 1 <sup>1</sup>	13,46	-	-	-
HTTEAQ <sup>2</sup>	-	12,35	-	-
Compuesto cuaternario 3 <sup>3</sup>	-	-	12,35	-
Compuesto cuaternario 4 <sup>4</sup>	-	-	-	14,00
Alcohol graso <sup>5</sup>	1,5	1,5	1,5	1,5
Perfume	1,32	1,32	1,32	1,32
Componentes minoritarios				
Agua	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100

1) Cloruro de 1,2-bis[(sebo endurecido)iloxi]-3-trimetilamonio-propano (78% de ingrediente activo).

5 2) Compuesto cuaternario de sebo endurecido y trietanolamina basado en la reacción de aproximadamente 2 moles de ácido graso de sebo endurecido con 1 mol de trietanolamina; cuaternizándose la posterior mezcla de reacción con sulfato de dimetilo (85% de ingrediente activo). El material cuaternario contiene aproximadamente 20% en peso de MEQ.

10 3) Cloruro de bis(2-(sebo endurecido)iloxietil)dimetilamonio (85% de ingrediente activo).

4) DHTDMAC o cloruro de di(sebo endurecido)-dimetilamonio (75% de ingrediente activo).

15 5) Stenol 16-18L (ex. Cognis) y es alcohol C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> lineal endurecido, y es 100% activo.

Todas las muestras se prepararon en un recipiente de 3 kg con circuito de recirculación. El procedimiento era como sigue:

20 Se calentó el agua en el recipiente a 70°C. Se añadió una premezcla fundida del compuesto activo cuaternario y el alcohol graso a lo largo de 3 min, y se agitó continuamente durante 4 min. Se enfrió con camisa de refrigeración a 45°C y después se añadió el perfume. Se enfrió a 31°C (ambiente). Se sacó una parte de cada muestra del recipiente sin ninguna molienda. El resto de la muestra se molió. Se molió el equivalente a un volumen por lote o muestra mediante un molino Janke & Kunkel en el circuito de recirculación.

25 La estabilidad de la viscosidad a corto plazo de la muestra se describe en las siguientes tablas 2 y 3, que muestran la estabilidad a temperatura ambiente de las muestras (todas las viscosidades se miden a una velocidad de cizalla de 106 s<sup>-1</sup> en un viscosímetro Haake RT20).

30 Tabla 2 - Ejemplos no molidos

Tiempo/Ejemplo	Ejemplo A	Ejemplo 1	Ejemplo B	Ejemplo C
Inicial	670	185	420	gel
1 día	-	145	340	gel
10 días	780	140	290	no medido
18 días	830	140	270	no medido

35 Los resultados de las muestras no molidas muestran claramente los beneficios de HTTEAQ en que las viscosidades base antes de la molienda son mucho menores que las de cualquier otro compuesto cuaternario (de hecho el ejemplo C era demasiado espeso para medir). Además, a diferencia de los del ejemplo A permanecen estables a lo largo de los siguientes 18 días del ensayo.

Tabla 3 - Muestras molidas

Tiempo/Ejemplo	Ejemplo A	Ejemplo 1	Ejemplo B	Ejemplo C
Inicial	270	135	320	gel
1 día	-	95	265	gel
10 días	430	96	220	no medido
18 días	477	92	195	no medido

5 El ejemplo C era todavía demasiado espeso para medir, demostrando que la molienda no puede reducir la viscosidad inicial del producto. Para los ejemplos A, B y 1 las viscosidades se reducen en función de la molienda. Sin embargo, está claro que el ejemplo A es inestable, ya que la viscosidad empieza a aumentar otra vez. A la inversa, el ejemplo 1 de acuerdo con la invención permanece estable durante la duración del ensayo.

10 Ejemplos 2 y 3

Se prepararon las muestras descritas en la siguiente tabla 4.

Tabla 4

	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	2	3
HTTEAQ	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	12,35	12,35	12,35	12,35	12,35	12,35
Alcohol graso	0,52	0,52	0,52	0,52	0,52	0,52	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Perfume	0	0,88	1,32	0	0,88	1,32	0	0,88	1,32	0	0,88	1,32
Componentes minoritarios (colorante, conservante)												
Agua	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100	hasta 100
Molienda en frío	No	No	No	Sí	Sí	Sí	No	No	No	Sí	Sí	Sí

15 El HTTEAQ y el alcohol graso eran como los usados en los ejemplos previos.

Los ejemplos se sometieron a molienda en frío como en el ejemplo 1.

20 La estabilidad a temperatura ambiente de los ejemplos se describe en la siguiente tabla (todas las viscosidades se miden a una velocidad de cizalla de  $106 \text{ s}^{-1}$  en un viscosímetro Haake RT20).

Tabla 5

Tiempo/Muestra	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	2	3
Inicial	542	221	205	326	135	132	225	149	127	110	61	70
32 días	590	210	224	382	104	132	360	157	121	89	74	69
67 días	528	185	183	367	107	117	234	150	116	113	62	65
92 días	548	180	176	371	105	113	238	142	111	108	63	64
206 días	445	148	141	319	97	100	208	132	100	97	61	60

25 Como puede verse en la tabla 5, la molienda en frío reduce la viscosidad de todos los ejemplos como se esperaba. No hay un posterior aumento de la viscosidad después un periodo de tiempo de hasta, y más allá de, 6 meses de almacenamiento.

30 Los ejemplos de la invención presentan menores viscosidades finales y por lo tanto requieren menos molienda y por lo tanto tiempos por lote más cortos para lograr la viscosidad objetivo.

Los resultados muestran que la estabilidad de las formulaciones no depende de ninguna forma del nivel de perfume.

Ejemplo 4

Se preparó la siguiente formulación:

- 5 HTTEAQ 12,35%
- Alcohol graso 1,5%
- Perfume 0,93%
- 10 Componentes minoritarios conservante, colorante, antiespumante
- Agua hasta 100%
- 15 El HTTEAQ y el alcohol graso eran como en los ejemplos previos. La formulación se preparó como en el ejemplo 1 y se molió en frío. Se tomaron muestras después de molienda en frío de 0, 1BV, 2BV y 2,5BV.
- Viscosidad en función de la molienda en frío (expresada en cps tanto a 20 como a  $106\text{ s}^{-1}$ ).
- 20 0BV 830/300
- 1BV 330/135
- 2BV 177/80
- 25 2,5BV 116/54
- 30 Los resultados muestran que la viscosidad del producto se puede controlar por la molienda en frío. Además muestran que no hay riesgo de floculación inducida por la cizalla como función de una molienda más prolongada, demostrando la excelente resistencia de la formulación básica.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela, que comprende proporcionar:

5 de 8 a 30% en peso de un material suavizante de amonio cuaternario, que comprende una mezcla de componentes saturados con enlace monoéster, diéster y triéster,

un agente complejante graso seleccionado de ácidos grasos y alcoholes grasos en una cantidad tal que el peso del material de amonio cuaternario con enlace monoéster al agente complejante graso es de 2,5:1 a 1:2,

10 agua, y  
perfume;

15 careciendo la composición de tensioactivo no iónico y de electrolito añadido, y  
sometiendo la composición a molienda en frío.

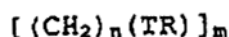
2. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según la reivindicación 1, en el que la  
20 composición se somete a molienda en frío de 1 a 2,5 volúmenes por lote.

3. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agente complejante graso es un alcohol graso.

25 4. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según la reivindicación 3, en el que el alcohol graso es un alcohol C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> lineal endurecido.

5. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material suavizante de amonio cuaternario tiene la fórmula (I):

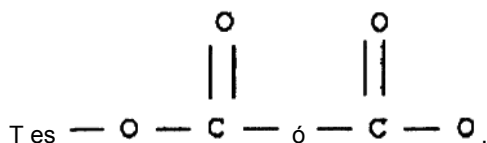
30



en la que:

35 R se selecciona independientemente de un grupo alquilo C<sub>5-35</sub>,

R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo C<sub>1-4</sub> o hidroxialquilo,



40

n es 0 o un número entero seleccionado de 1 a 4, m es 1, 2 ó 3, e indica el número de restos a los que se refiere que cuelgan directamente del átomo de N, y X<sup>-</sup> es un grupo aniónico, tal como haluros o alquilsulfatos, p. ej., cloruro, metilsulfato o etilsulfato.

45 6. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según la reivindicación 5, en el que el material suavizante de amonio cuaternario es una sal de amonio cuaternario de sebo endurecido y trietanolamina.

7. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según la reivindicación 6, en el que la sal cuaternaria se basa en la reacción de 2 moles de ácido graso de sebo endurecido con 1 mol de trietanolamina  
50 seguido de cuaternización.

8. Un procedimiento para hacer una composición acondicionadora de tela según la reivindicación 7, en el que la sal cuaternaria se prepara con sulfato de dimetilo.