

⑫

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt: **88420204.5**

⑤ Int. Cl.4: **C 11 D 1/645**  
**C 11 D 3/43**

㉔ Date de dépôt: **16.06.88**

③① Priorité: **16.06.87 FR 8708378**

④③ Date de publication de la demande:  
**28.12.88 Bulletin 88/52**

⑧④ Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

⑦① Demandeur: **COTELLE S.A.**  
**122, avenue du Général Leclerc**  
**F-92103 Boulogne-Billancourt (FR)**

⑦② Inventeur: **Charpin, Daniel**  
**63, avenue Gambetta**  
**F-94100 Saint-Maur (FR)**

**D'Herbomez, Isabelle**  
**63, avenue Gambetta**  
**F-94100 Saint-Maur (FR)**

**Rozat, Michèle**  
**14, rue Gaston Monmousseau**  
**F-94200 Ivry Sur Seine (FR)**

⑦④ Mandataire: **Maureau, Philippe et al**  
**Cabinet Germain & Maureau Le Britannia - Tour C 20, bld**  
**Eugène Déruelle Boîte Postale 3011**  
**F-69392 Lyon Cédex 03 (FR)**

⑤④ **Compositions adoucissantes concentrées.**

⑤⑦ L'invention concerne une composition concentrée d'adoucissant pour textiles, liquide et diluable à l'eau. Cette composition contient :

a) de 10 à 50 % en poids d'au moins un agent adoucissant A choisi parmi les sels d'ammonium quaternaire ayant au moins deux chaînes alkyle longues en C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, éventuellement interrompues par un groupe ester, éther ou amide ; les sels d'imidazolinium ; et les produits de réaction des acides gras avec des polyamines choisies dans le groupe des hydroxyalkylalkylènediamines et des dialkylènetriamines, dans lesquelles les groupes alkyle et alkylènes contiennent de 1 à 3 atomes de carbone,

b) de 0,1 à 1 % en poids d'au moins un composé cationique B choisi parmi les composés cationiques dont la solubilité en milieu aqueux ou hydroalcoolique est supérieure à la solubilité du composé adoucissant A,

c) de 2 à 35 % en poids d'au moins un solvant C,

d) éventuellement des adjuvants et/ou autres additifs classiques, et

e) de l'eau pour le complément, la teneur en solvant C étant supérieure à 10 % en poids lorsqu'on a simultanément une teneur en composé A comprise entre 10 et 20 % et une teneur en composé B comprise entre 0,1 et 5 %.

Application au lavage du linge.

## Description

**"Compositions adoucissantes concentrées"**

La présente invention concerne des compositions adoucissantes pour tissus, notamment des compositions aqueuses contenant des quantités relativement importantes d'adoucissants du type cationique, destinées à être utilisées dans le cycle de rincage des opérations de blanchissage. Plus particulièrement, l'invention concerne des compositions aqueuses concentrées d'adoucissants cationiques dont la viscosité est ajustable et qui sont limpides et diluables à l'eau, la viscosité des compositions diluées obtenues étant ajustable. Les compositions concentrées ont une viscosité faible, permettant de les verser, et stable dans le temps, et sont susceptibles d'être diluées, notamment par de l'eau du robinet, cette eau étant à température quelconque. Les compositions diluées ainsi obtenues ont une viscosité acceptable pour la ménagère et supérieure à celle de la composition concentrée.

On connaît déjà des compositions concentrées d'adoucissants cationiques, diluables à l'eau.

Le document FR-A-2 451 960 décrit des compositions contenant un agent adoucissant qui est un chlorure de dialkyldiméthylammonium ou un chlorure de dialkylméthyléthoxyammonium en mélange avec un agent non adoucissant qui est un chlorure d'alkyldiméthylbenzylammonium, de l'alcool isopropylique et de l'eau. Ce document précise que les compositions contiennent l'agent non adoucissant à une concentration supérieure à 33 % en poids, et l'agent adoucissant à une concentration inférieure à la concentration de l'agent non adoucissant. Les compositions décrites contiennent de 25 % à 12,5 % de chlorure de dialkyldiméthylammonium ou 12,5 % de chlorure de dialkylméthyléthoxyammonium adoucissant et environ de 33 % à 50 % de chlorure d'alkyldiméthylbenzylammonium non adoucissant. Le but poursuivi selon cette publication est d'obtenir des compositions transparentes.

Cependant, de telles compositions sont chères et d'une efficacité limitée, puisqu'elles contiennent une quantité important d'agent cationique non adoucissant.

Le document FR-A-2 540 901 décrit des compositions contenant

- de 15 à 50 % de sels de dialkyldiméthylammonium,
- de 10 à 50 % de solvants hydrophiles,

le rapport pondéral entre les solvants et les sels de dialkyldiméthylammonium étant compris entre 0,7 et 2,3.

Ces compositions peuvent contenir éventuellement des aides de solubilisation qui sont par exemple des agents de surface non ioniques hydrophiles. Les compositions sont destinées à être diluées à l'eau.

Le but visé selon ce document est l'obtention de compositions concentrées d'adoucissant, diluables à l'eau froide ou tiède. Dans les exemples, il est toujours mentionné que de telles compositions contiennent un agent de solubilisation hydrophile non ionique.

Cependant, les compositions concentrées décrites dans ces publications ont pour inconvénient de donner par dilution des compositions très fluides et peu visqueuses.

Le document FR-A-2 523 606 décrit des compositions adoucissantes concentrées pour tissus comprenant 8 à 20 % d'un adoucissant de type imidazolinium et 0,5 à 5 % d'un composé d'ammonium quaternaire soit classique, soit dicationique. Ces compositions sont présentées comme stables même aux températures basses ou élevées. Elles peuvent être complétées, en option, par des proportions secondaires, à savoir entre 0,5 et 10 %, d'autres ingrédients parmi lesquels figurent des alcanols inférieurs. Les compositions de ce type ne sont pas limpides et ont une viscosité qui croît avec le temps, au cours du stockage.

Le document EP-A-60 003 décrit des compositions adoucissantes concentrées pour tissus comprenant 8 à 22 % d'un adoucissant cationique 0,6 à 3 % d'au moins un sel d'ammonium polyalcoylé hydrosoluble et 0,2 à 5 % d'un ester d'acide gras d'un polyol. L'objectif visé est l'obtention de compositions stables et dont la viscosité ne varie sensiblement pas, même à température élevée et sur de longues durées de stockage. Les compositions ainsi formées ne sont pas limpides.

Le document EP-A-199 382 décrit des compositions adoucissantes qui, pour ne pas perdre de leur efficacité lorsqu'elles sont mises en présence des détergents anioniques ou non-ioniques que contiennent les produits de lavage, comportent 3 à 35 % d'un mélange de : (a) 10-92 % du produit de réaction d'acides gras supérieurs avec une polyamine sélectionnée, (b) 8-90 % de sels azotés cationiques ayant une seule longue chaîne aliphatique acyclique en C<sub>15</sub> - C<sub>22</sub>, et (c) 0-80 % de sels azotés cationiques ayant au moins deux chaînes de ce type ou une chaîne de ce type et un cycle arylalkyle.

Le document FR-A-2 295 122 décrit des compositions adoucissantes concentrées pour tissus, stables vis-à-vis de la température, ne se gélifiant pas et présentant une action désinfectante. Ces compositions comprennent 30 à 60 % d'un agent adoucissant cationique, 5 à 20 % d'un agent adoucissant cationique, 5 à 20 % d'un désinfectant cationique, 5 à 20 % d'un dispersant non-ionique et 15 à 40 % d'alcanols inférieurs. Il est indiqué expressément que la présence de dispersants non-ioniques est essentielle pour que le produit concentré se disperse bien dans de l'eau froide.

Le document EP-A-40 562 décrit des compositions concentrées d'adoucissants contenant un agent adoucissant cationique et un agent non ionique dans un rapport compris entre 10/1 et 3/2, de l'alcool et de l'eau ; l'objectif est l'obtention de compositions d'adoucissant, concentrées, diluables à l'eau froide ou tiède.

Or, les ménagères qui diluent avec de l'eau du robinet de telles compositions, concentrées pour préparer des compositions diluées à stocker avant emploi, préfèrent obtenir des compositions diluées ayant un aspect

visqueux. Mais la température de l'eau du robinet varie. Ainsi, elle peut varier entre +5 et +25°C. On a constaté que lorsque la température de l'eau est de l'ordre de +5°C, la viscosité des compositions diluées est alors trop élevée, et lorsque la ménagère verse la composition diluée dans un bac prévu à cet effet dans une machine automatique à laver le linge, la composition diluée, du fait de sa viscosité importante, et de sa tendance à former des floculats, peut boucher la canalisation d'amenée de la composition adoucissante dans le bac de rinçage. En outre, la dispersion de la composition diluée dans l'eau de rinçage se fait plus difficilement quand la composition concentrée est diluée avec de l'eau froide, par exemple ayant une température de +5°C environ.

L'invention vise à pallier ces inconvénients.

Les problèmes à résoudre sont les suivants :

Obtention d'une composition adoucissante concentrée en agents adoucissants :

- limpide et stable au stockage entre -15 et +40°C,
- diluable à l'eau de ville, même froide,
- contenant une quantité d'alcool la plus faible possible,
- ayant une viscosité faible, permettant de la verser et stable dans le temps, et
- donnant une composition diluée, stable au stockage, et dont la viscosité soit acceptable pour la ménagère et supérieure à celle de la composition concentrée.

Aucun des documents de la technique antérieure n'a décrit ou suggéré ce problème de viscosité des compositions diluées, suffisamment élevée pour être acceptée par l'utilisateur, mais suffisamment faible pour pouvoir s'écouler dans des conduites de machines à laver le linge, ces compositions ayant une structure physique homogène et ne formant pas d'agglomérats pouvant boucher les conduites et étant facilement dispersables dans l'eau de rinçage.

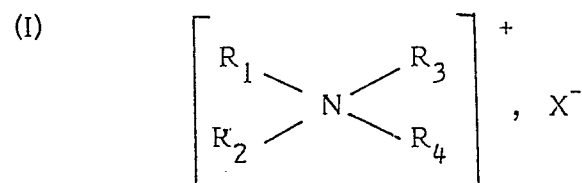
La présente invention fournit des compositions concentrées, limpides, d'adoucissants pour tissus qui peuvent être diluées par de l'eau froide sans former de particules ou agglomérats susceptibles de boucher les conduites de faible diamètre et qui sont stables au stockage, tant à l'état concentré qu'à l'état dilué.

L'invention concerne une composition concentrée d'adoucissant pour textiles, diluable à l'eau, caractérisée en ce qu'elle contient :

- a) de 10 à 50 % en poids d'au moins un agent adoucissant A, choisi parmi les sels d'ammonium quaternaire ayant au moins deux chaînes alkyle longues en C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, éventuellement interrompues par un groupe ester, éther ou amide ; les sels d'imidazolium ; et les produits de réaction des acides gras avec des polyamines choisies dans le groupe des hydroxyalkylalkylènediamines et des dialkylènetriamines, dans lesquelles les groupes alkyle et alkylène contiennent de 1 à 3 atomes de carbone
- b) de 0,1 à 10 % en poids d'au moins un composé cationique B, choisi parmi les composés cationiques dont la solubilité en milieu aqueux ou hydroalcoolique est supérieure à la solubilité du composé adoucissant A,
- c) de 2 à 35 % en poids d'au moins un solvant C,
- d éventuellement des adjuvants et/ou d'autres additifs classiques, et
- e) de l'eau pour le complément, la teneur en solvant C étant supérieure à 10 % en poids lorsqu'on a simultanément une teneur en composé A comprise entre 10 et 20 % et une teneur en composé B comprise entre 0,1 et 5 %.

Les compositions préférées selon l'invention sont telles qu'elles contiennent de 20 à 50 % de composé adoucissants A, de 0,1 % à 10 % et plus avantageusement encore 0,1 à 3 % de composé B, et de 10 à 30 % en poids de solvant C.

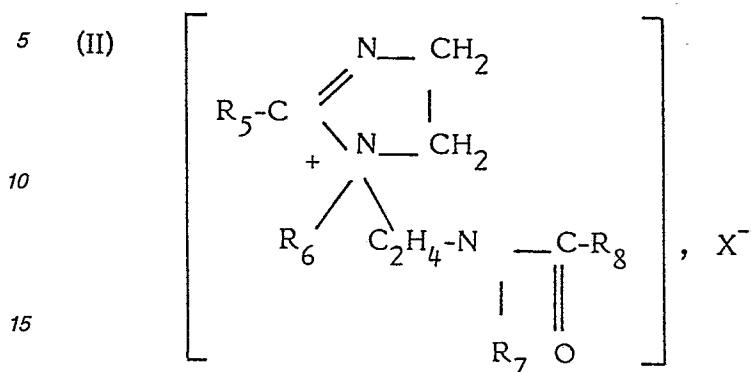
Les agents adoucissants cationiques A des compositions selon l'invention sont décrits notamment dans l'article "Cationic Surfactants in Laundry Detergents and Laundry Aftertreatment Aids" - J.A.O.C.S., Vol 61, n°2 (February 1984), et peuvent être choisis parmi les composés ayant les formules générales suivantes :



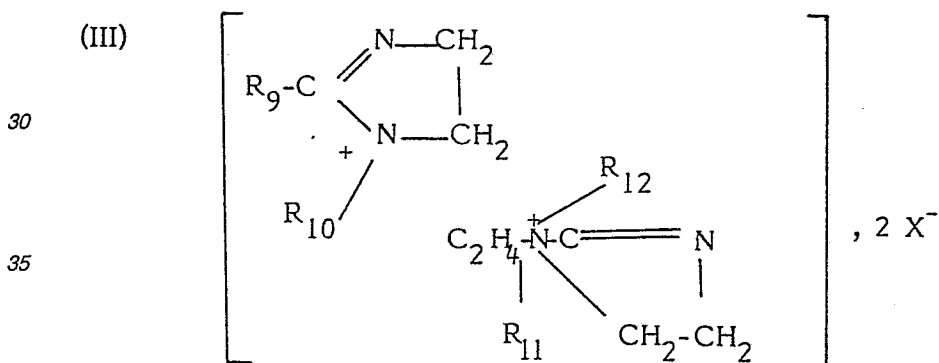
dans laquelle R<sub>1</sub> et R<sub>2</sub> peuvent être semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes, alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, éventuellement substitués par des groupes éther, ester ou amide, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> peuvent être semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>3</sub>, les groupes benzyle, éventuellement substitués, ou les groupes -(C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O)<sub>x</sub>H dans lesquels n = 2 ou 3, x = 1 à 5, X<sup>-</sup> étant un anion de quaternisation. Il put par exemple être choisi dans le groupe des halogénures, méthylsulfate, éthylsulfate, acétate, phosphate, carbonate, lactate.

Des exemples du composé de formule (I) sont le chlorure de dimyristyldiméthylammonium, le chlorure de distéaryldiméthylammonium, le méthylsulfate de distéaryl-2-hydroxypropylméthylammonium, l'éthylsulfate

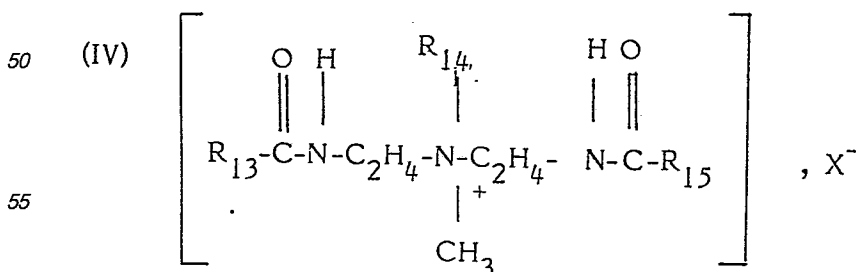
d'oléylstéaryldiméthylammonium ;



dans laquelle R<sub>5</sub> et R<sub>8</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle et alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>6</sub> est choisi parmi les groupes alkyle, substitués ou non, en C<sub>1</sub> à C<sub>4</sub>, R<sub>7</sub> est choisi parmi l'hydrogène ou un groupe alkyle, substitué ou non, en C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub>, X<sup>-</sup> est un anion de quaternisation. Il peut par exemple être choisi dans le groupe des halogénures, éthylsulfate, méthylsulfate, acétate, phosphate, carbonate, lactate ;



dans laquelle R<sub>9</sub> et R<sub>12</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>10</sub> et R<sub>11</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle substitués ou non, en C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub>, X<sup>-</sup> est un anion de quaternisation. Il peut par exemple être choisi dans le groupe des halogénures, méthylsulfate, éthylsulfate, acétate, phosphate, carbonate, lactate.



dans laquelle R<sub>13</sub> et R<sub>15</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>14</sub> est choisi parmi l'hydrogène, les groupes méthyle, éthyle et le groupe -(C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O)<sub>x</sub>H, dans lequel n est égal à 2 ou 3 et x est compris entre 1 et 5, et X<sup>-</sup> est un anion de quaternisation choisi dans le groupe des halogénures, méthylsulfate, éthylsulfate, acétate, phosphate, carbonate, lactate, par exemple.

Des exemples de composés de formule (II) sont le méthylsulfate de 1-sulf-amidoéthyl-2-sulf-imidazolinium,

de 1-méthyl-1--oléylamidoéthyl-2-oléyl-imidazolinium,  
 1-méthyl-1-palmitoléylamidoéthyl-2-palmitoléyl-imidazolinium,  
 1-méthyl-1-suif-amidoéthyl-2-suif-imidazolinium,  
 1-méthyl-1-suif hydrogéné-amidoéthyl-2- suif hydrogénéimidazolinium.

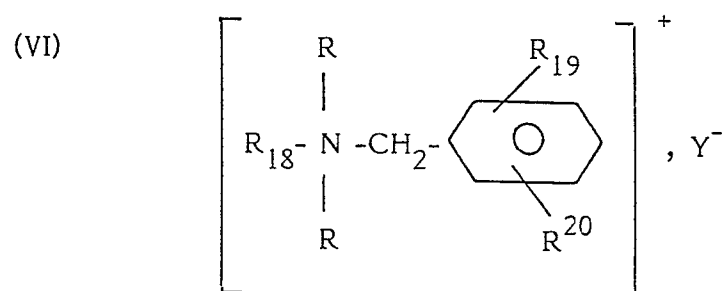
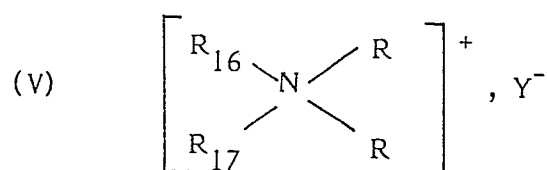
Des exemples de composés de formule (III) sont le méthylsulfate de  
 1-éthylène-bis (2-stéaryl, 1-méthylimidazolinium),  
 1-éthylène-bis (2-oléyl-1-méthylimidazolinium),  
 1-éthylène-bis (2-suif-1-méthylimidazolinium).

Des exemples de composés de formule (IV) sont : le méthylsulfate de di(2-suif hydrogéné-amidoéthyl)-hydroxyéthylammonium, de di(2-suif hydrogéné-amidoéthyl)-di-méthylammonium et de méthyl-di(2-palmitylamidoéthyl)-hydroxyéthylammonium.

Les agents B selon l'invention sont en pratique choisis parmi les sels d'ammonium quaternaires et les sels de polyammonium, ces composés contenant éventuellement une seule chaîne alkyl longue en C<sub>8</sub> - C<sub>22</sub>.

De préférence, les agents B sont choisis parmi des sels de composés mono- ou poly-ammonium quaternaire ou imidazolinium, éventuellement bactéricides ou leur mélange.

Les composés cationiques B selon l'invention peuvent être ainsi choisis parmi les composés ayant les formules générales suivantes :



dans lesquelles R est un groupe aliphatique ou hydroxyalcoxy en C<sub>1</sub>- C<sub>4</sub>, éventuellement polyoxyalcoylé, R<sub>16</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 8 à 10 atomes de carbone, éventuellement ramifiés, éventuellement substitués par des groupes éther, ester ou amide,

R<sub>17</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 1 à 4 atomes de carbone, éventuellement ramifiés, R<sub>18</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 8 à 18 atomes de carbone, de préférence de 12 à 16 atomes de carbone.

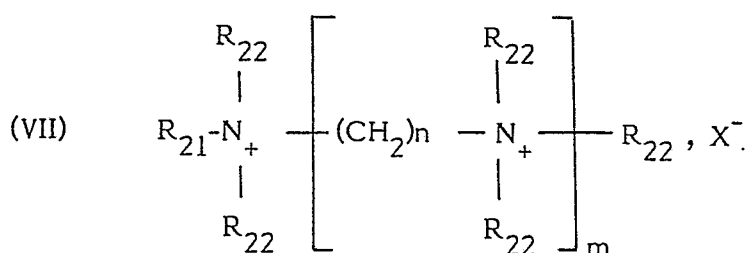
R<sub>19</sub> et R<sub>20</sub> sont choisis parmi l'hydrogène ou un halogène,

Y<sup>-</sup> est un anion de quaternisation. Il peut par exemple être choisi dans le groupe des halogénures, méthylsulfate, éthylsulfate, acétate, phosphonate, carbonate, lactate.

Des exemples d'agents B de formules (V) ou (VI) sont :

le chlorure de lauryldiméthylbenzylammonium, le chlorure d'alkyldiméthylbenzylammonium dans lequel le radical alkyle est en C<sub>12</sub> - C<sub>18</sub>, le chlorure de triméthylodécylbenzylammonium, le chlorure de méthyl-bis(2-hydroxyéthyl)-oléylammonium, le méthylsulfate de méthyl-1-capryl-2-caprylamido-3-éthyl-imidazolinium.

Les composés cationiques B peuvent aussi être choisis parmi les composés ayant la formule générale suivant :



dans laquelle R<sub>21</sub> est un groupe aliphatique en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifié, éventuellement insaturé, R<sub>22</sub> est choisi parmi les groupes H, alkyle, hydroxyalkyle hydroxyalcoxy en C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub>,

n est un nombre entier de 1 à 6,

m est un nombre entier de 1 à 5,

X<sup>-</sup> est un anion de quaternisation. Il peut par exemple être choisi dans le groupe des halogénures, méthylsulfate, éthylsulfate, acétate, phosphate, carbonate, lactate.

Des exemples d'agents B de formule (VII) sont :

le diméthosulfate de N-(dérivé de suif)-N,N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-tétraméthyl-1,3-propanediammonium,

le diméthosulfate de N-(dérivé de suif)-N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-triméthyl-1,3-propanediammonium,

le diméthosulfate de N-oléyl-N,N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-pentaméthyl-1,3-propanediammonium,

le diméthosulfate de N-(dérivé de suif)-N,N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-pentaméthyl-1,3-propanediammonium,

le diméthosulfate de N-stéaryl-N,N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-pentaméthyl-1,3-propanediammonium,

le diacétate de N-stéaryloxypropyl-N,N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-tri(3-hydroxypropyl)-1,3-propane-diammonium.

Les agents B préférés selon l'invention sont le chlorure de coco-bis(2-hydroxyéthyl)méthylammonium, par exemple l'ETHOQUAD O/12, contenant 25 % d'isopropanol et fabriqué par AKZO ou le chlorure d'oléylbis(2-hydroxyéthyl)méthylammonium, par exemple l'ETHOQUAD O/12, contenant 25 % d'isopropanol et fabriqué par AKZO.

Les composés B selon l'invention peuvent aussi être choisis parmi les composés ayant les formules générales (II), (III) et (IV), mentionnées ci-dessus, dans lesquelles R<sub>5</sub> et R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> et R<sub>12</sub>, R<sub>13</sub> et R<sub>15</sub> sont choisis parmi les groupes alkyle ou alcényle en C<sub>6</sub> - C<sub>14</sub>, éventuellement ramifiés.

Les solvants C selon l'invention peuvent être choisis parmi les solvants hydroxylés ou leurs mélanges, par exemple les alcools, polyols, éthers de polyols, polyéthers de polyols ; les solvants préférés sont l'isopropanol, l'isobutanol, le n-propanol, le méthyl-2-pentanediol-2,4, le 1,2-propylèneglycol et l'éther monométhylique de monopropylèneglycol.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, l'agent adoucissant est le méthosulfate de l-oléylimidoéthyl-2-oléylimidazolinium, par exemple en solution dans l'isopropanol ou en solution dans le 1,2-propylèneglycol à 75 % d'adoucissant et 25 % d'alcool.

De tels composés préférés sont mis sur le marché par REWO sous les dénominations commerciales REWOQUAT W 3690 et REWOQUAT W 3690/PG.

Un autre composé préféré est le chlorure de disulf-2-hydroxypropylméthylammonium vendu sous le nom de PRAEPAGEN WKL par HOECHST.

Sans vouloir être lié par une quelconque théorie, on pense que le composant B permet, en combinaison avec le solvant C, de fluidifier et de rendre limpide la composition ; en outre l'apport de composant B permet de réduire la teneur en solvant C, mais dans une certaine mesure seulement, car une trop grande proportion de composant B exercerait un effet non souhaité d'abaissement de la viscosité de la composition diluée.

Pour la préparation des compositions selon l'invention, il convient simplement :

- dans le cas d'ingrédients liquides à température ambiante, de mélanger ceux-ci à froid dans un ordre quelconque,

- dans le cas où l'un des ingrédients n'est pas liquide à la température ambiante, de chauffer cet ingrédient pour le faire fondre et d'ajouter à la masse fondue obtenue les autres ingrédients, en respectant les précautions d'usage, et en ajoutant de préférence en premier le solvant C et en dernier l'eau.

L'invention permet de réaliser les objectifs évoqués plus haut.

Les compositions diluées, visqueuses et stables, que la présente invention permet d'obtenir peuvent être préparées par dilution avec de l'eau de ville, même froide, des compositions concentrées susdites ; le rapport de dilution est de préférence de 1:2 à 1:10, avantageusement de 1:4 pour une composition concentrée à environ 20 % de matière active cationique assouplissante A.

Les compositions selon l'invention, utilisées en des quantités appropriées dans le dernier cycle de rinçage suivant le lavage de charges de linge en machine à laver domestique procurent un assouplissement tout-à-fait convenable au linge.

L'invention est décrite plus en détail dans les exemples ci-après, qui ne la limitent aucunement. Dans ces exemples, tous les pourcentages sont donnés en poids sur le poids de la composition totale. Les pourcentages indiqués se réfèrent à la matière active, sans tenir compte des solvants présents habituellement dans les produits commerciaux les contenant.

Exemple comparatif

On réalise la composition suivante :

DSIM-MS(\*) 20 %

LDMBAC (\*\*) 0 %

Isopropanol 14 %

Parfum 1 %

Eau q.s.p. 100 %

On obtient un gel instable.

(\*) DSIM-MS : méthylsulfate de 1-sulf-amidoéthyl-2-sulf-imidazolinium.

(\*\*) LDMBAC : chlorure de lauryldiméthylbenzylammonium.

Exemple 1

On réalise par mélange la composition suivante :

Agent A : DSHPMAC (\*) 18,35 %

Agent B : ODHMAC (\*\*) 1,65 %

Solvant C : Isopropanol 15 %

Parfum 0,77 %

Colorant (solution à 1 %) 0,6 %

Eau q.s.p. 100 %

(\*) chlorure de di-sulf-2-hydroxypropylméthylammonium commercialisé sous la dénomination PRAEPAGEN WKL par la Société HOECHST.

(\*\*) chlorure d'oléyl-bis(2-hydroxyéthyl)-méthylammonium, commercialisé sous la dénomination ETHO-QUAD 0/12 par la Société AKZO.

La composition obtenue est fluide et limpide. Sa viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 1, à 6 tours/minute) est de 35 mpa.s. Après addition à cette composition de trois fois son volume d'eau du robinet, on obtient une composition diluée dont la viscosité (mesurée dans les mêmes conditions) est de 210 mpa.s après 1 semaine et de 480 mpa.s après 2 mois.

La composition concentrée est stable à la température ambiante et à 40° C pendant plus d'un an. A-15° C la composition concentrée prend la consistance d'un gel, mais qui est assez fluide et qui disparaît pour redonner une composition complètement fluide après retour à la température ambiante.

Exemple 2

On prépare par mélange la composition suivante :

DSHPMAC 20 %

ODHMAC 2,04 %

Isopropanol 7,10 %

Dispropylèneglycol 18 %

Parfum 0,97 %

Colorant (solution à 1%) 0,6 %

Eau q.s.p. 100 %

La composition ainsi obtenue est fluide et limpide. Elle est stable et présente une viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 2, à 12 tours/minute) de 50 mpa.s après 1 jour et la même encore après 1 mois.

Après addition à cette composition de trois fois son volume d'eau du robinet, on obtient une composition diluée, stable, dont la viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 1, à 6 tours/minute) est de 203 mpa.s après 1 jour et de 486 mpa.s après 1 mois.

Exemple 3

On prépare par mélange la composition suivante :

DSHPMAC 20 %

ODHMAC 2,04 %

Isopropanol 7,10 %

Ether monométhyle de monopropylèneglycol 14 %

Parfum 0,97 %

Colorant (solution à 1%) 0,6 %

Eau q.s.p. 100 %

La composition obtenue est fluide et limpide. Elle est stable et présente une viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 2, à 12 tours/minute) de 40 mpa.s après 1 jour et de 30 mpa.s après 1 mois. Après addition à cette composition de trois fois son volume d'eau du robinet, on obtient une composition diluée stable, dont la viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 1, à 6 tours/minute) est de 549

mpa.s après 1 jour et de 900 mpa.s après 1 mois.

#### Exemple 4

- 5 On prépare par mélange la composition suivante :
- DOIMMS (\*) 50 %
  - ODHMAC 10 %
  - Isopropanol 3,34 %
  - Parfum 0,97 %
  - 10 Colorant (solution à 1%) 0,8 %
  - Eau q.s.p. 100 %
- (\*) méthosulfate de 1-oléylamidoéthyl-2-oléylimidazolinium commercialisé sous la dénomination REWO-QUAT W-3690 par la Société REWO.
- 15 La composition obtenue est fluide et limpide. Sa viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 2, à 12 tours/minute) est de 30 mpa.s après 4 jours. Après addition à cette solution de neuf fois son volume d'eau du robinet, on obtient une composition diluée dont la viscosité (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile 1, à 6 tours/minute) est de 132 mpa.s après 4 jours.

#### Exemple 5

- 20 On étudie l'influence de la température de l'eau de dilution d'une composition concentrée, sur la viscosité de la composition diluée.
- On mélange les composés suivants :
- DOIMMS 20 %
  - 25 ODHMAC 2 %
  - Isopropanol 20 %
  - Parfum 1 %
  - Eau q.s.p. 100 %
- On dilue cette composition concentrée avec trois fois son volume d'eau. On mesure les viscosités avec un viscosimètre Brookfield, mobile 1, à 6 tours/minute.
- 30 En fonction de la température de l'eau de dilution, on obtient des compositions diluées dont les viscosités sont données dans le tableau 1.

Tableau 1

| Température de l'eau<br>de dilution (°C) | Viscosité de la<br>composition diluée (mPa.s) |
|------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| 10                                       | 180-200                                       |
| 20                                       | 75-100                                        |
| 30                                       | 25-30                                         |
| 40                                       | 15-20                                         |

50

- On voit donc que les compositions selon l'invention ont une viscosité supérieure à 100 mPa.s pour des températures d'eau de dilution inférieures à 20°C. Or, une viscosité supérieure à 100 mPa.s, de préférence 100-200 mPa.s, est une viscosité qui est perçue par la ménagère comme l'indice d'un produit efficace.

55

#### Exemple 6

- On étudie l'influence du rapport en poids de la quantité d'agent adoucissant A à la quantité de composé cationique non adoucissant B. On réalise les compositions suivantes :
- (A) DOIMMS
  - (B) ODHMAC
  - (C) Isopropanol
  - Parfum 1 %
  - 65 Eau q.s.p. 100 %
- On fait varier les quantités d'agent A, d'agent B et d'isopropanol, la quantité de

parfum étant toujours égale à 1 % en poids de la composition.

On dilue à l'eau à 20°C ces compositions pour obtenir des compositions diluées contenant 5 % en poids d'agent adoucissant A. On mesure les viscosités des compositions diluées ainsi obtenues, au viscosimètre Brookfield, mobile 1, vitesse 6 tours/minute. On obtient les résultats suivants (cf. tableau 2) :

Tableau 2

| Exemple        | 3a   | 3b  | 3c   | 3d  | 3e   | 3f  | 3g  |
|----------------|------|-----|------|-----|------|-----|-----|
| % A            | 15   | 15  | 20   | 20  | 30   | 30  | 40  |
| % B            | 17   | 0,1 | 22   | 2   | 32   | 0,1 | 0,1 |
| %C             | 5    | 20  | 6,7  | 17  | 10   | 15  | 20  |
| Rapport<br>A/B | 0,88 | 150 | 0,90 | 10  | 0,93 | 300 | 400 |
| (*)<br>mPa.S   | 0    | 160 | 0    | 100 | 0    | 130 | 140 |

(\*) Viscosité de la composition diluée

On voit donc que lorsque le pourcentage en poids de composé non adoucissant B est supérieur au pourcentage en poids de composé adoucissant A, la viscosité de la composition diluée à 5 % de composé adoucissant est faible. Au contraire, lorsqu'on a ajouté très peu d'agent non adoucissant B, par exemple de 100 à 400 fois moins pour la quantité d'agent adoucissant A, les viscosités des compositions diluées contenant 5 % en poids d'adoucissant A sont comprises entre 100 et 160 mPa.s.

#### Exemple 7

On étudie, à concentrations égales, l'influence d'un agent non adoucissant cationique dans une composition aqueuse d'agent adoucissant, comparée à l'influence d'un agent non ionique.

a) On réalise la composition concentrée suivante :

16 % de méthylsulfate de N-méthyl,N,N-di(bêta-C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub> acyloxyéthyl) N-bêta-hydroxyéthylammonium commercialisé sous la dénomination STEPANTEX Q 185 par la société STEPAN EUROPE,

11 % d'alcool isopropylique,

4 % d'un mélange d'agent de surface non ionique et d'émulsifiant également non ionique,

1 % de parfum,

q.s.p. 100 % d'eau.

La composition obtenue a une viscosité lui permettant d'être versée. Cette composition est diluée avec trois fois son volume d'eau, l'eau étant à 10°C ou 20°C. On obtient alors une composition diluée qui forme des grumeaux et dont la viscosité est très élevée :

> 1000 mPa.s (mesurée au viscosimètre Brookfield, mobile n° 1,6 tours/ minute).

b) On réalise la composition concentrée suivante :

16 % de DOIMMS,

4 % d'ODHMAC,

11 % d'isopropanol,

1 % de parfum,

q.s.p. 100 % d'eau. On dilue cette composition avec trois fois son volume d'eau, la température de l'eau de dilution étant de 10°C. La viscosité de la composition diluée est de 10 mPa.s (mesurée de la même manière que pour l'exemple 4a).

On voit donc que la fonction technique de l'agent cationique non adoucissant est différente de la fonction technique de l'agent non ionique. Selon la quantité d'agent cationique non adoucissant dans la composition concentrée, on peut régler la viscosité de la composition diluée à une valeur acceptable pour la ménagère. (comprise de préférence entre 50 et 900 mPa.s).

En effet les exemples 3b et 4b montrent que, pour une composition contenant environ 15 % d'agent adoucissant A et 0,1 % d'agent non adoucissant B, la viscosité de la composition diluée est de 160 mPa.s, alors que pour une composition contenant 4 % d'agent non adoucissant B, la viscosité de la composition diluée est de 10 mPa.s.

En outre, lorsqu'on disperse dans de l'eau froide les compositions diluées 4a et 4b obtenues à partir des

compositions concentrées, on voit que la composition diluée 4a se disperse très difficilement et qu'il faut agiter à la main pendant quelques dizaines de secondes pour obtenir une bonne dispersion dans l'eau. Au contraire, la composition diluée 4b se disperse très facilement dans de l'eau à 10°C (en moins de 5 secondes).

## 5 Exemple 8

On prépare la composition suivante :

- 20 % de DSHPM-AC,
- 2 % de ODHMAC,
- 10 13 % de 1,2-propylèneglycol,
- 11 % d'isopropanol
- 1 % de parfum,
- q.s.p. 100 % d'eau

On dilue cette composition avec trois fois son volume d'eau. La température de l'eau de dilution est de 10°C.

- 15 On obtient une composition diluée, stable, dont la viscosité, mesurée de la même manière que dans les exemples précédents, est de 260 mPa.s.

## 20 Revendications

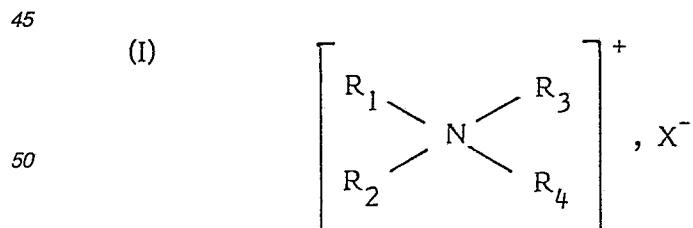
1 - Composition concentrée d'adoucissant pour textiles, diluable à l'eau, caractérisée en ce qu'elle contient :

- 25 a) de 10 à 50 % en poids d'au moins un agent adoucissant A choisi parmi les sels d'ammonium quaternaire ayant au moins deux chaînes alkyle longues en C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>, éventuellement interrompues par un groupe ester, éther ou amide ; les sels d'imidazolinium ; les produits de réaction des acides gras avec des polyamines choisies dans le groupe des hydroxyalkylalkylènediamines et des dialkylène-triamines, dans lesquelles les groupes alkyle et alkylène contiennent de 1 à 3 atomes de carbone.
- 30 b) de 0,1 à 10 % en poids d'au moins un composé cationique B choisi parmi les composés cationiques dont la solubilité en milieu aqueux ou hydroalcoolique est supérieure à la solubilité du composé adoucissant A ; le rapport en poids A/B étant supérieur à 1,
- c) de 2 à 35 % en poids d'au moins un solvant C.
- d) éventuellement des adjuvants et/ou autres additifs classiques, et
- 35 e) de l'eau pour le complément, la teneur en solvant C étant supérieure à 10 % en poids lorsqu'on a simultanément une teneur en composé A comprise entre 10 et 20 % et une teneur en composé B comprise entre 0,1 et 5 %.

2 - Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient de 0,1 à 10 % en poids de composé B.

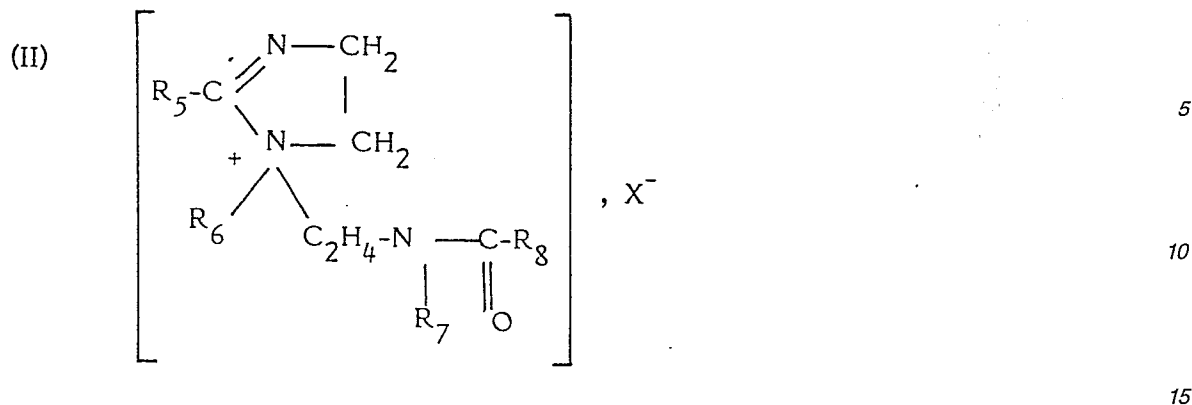
40 3 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce qu'elle contient de 10 à 30 % en poids de composé C.

4 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que les agents adoucissants A sont choisis parmi les composés ayant les formules générales suivantes :



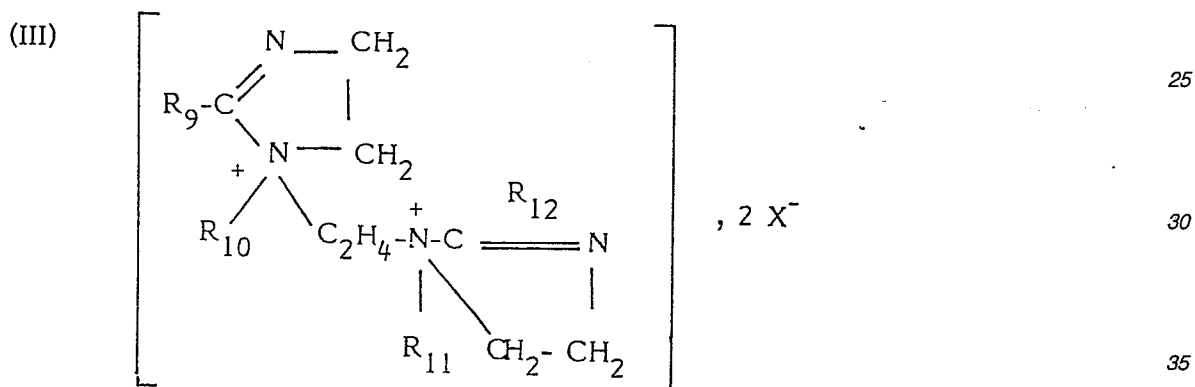
55 dans laquelle R<sub>1</sub> et R<sub>2</sub> peuvent être semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, éventuellement substitués par des groupes éther, ester ou amide,

60 R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> peuvent être semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>3</sub>, les groupes benzyle, éventuellement substitués, ou les groupes -(C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O)<sub>x</sub> H dans lesquels n = 2 ou 3, x = 1 à 5, X<sup>-</sup> étant un anion de quaternisation ;



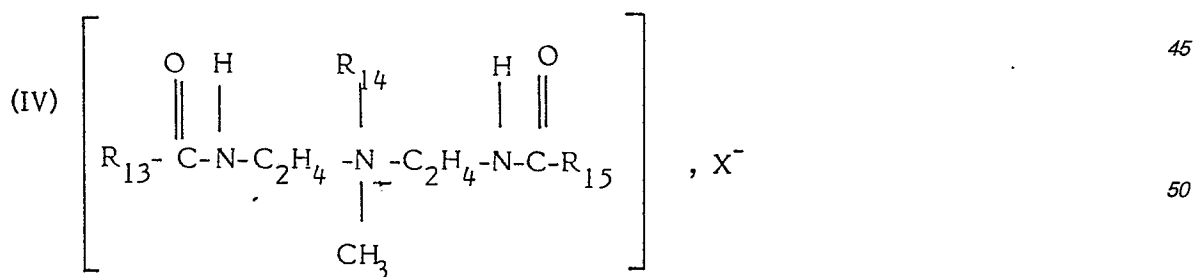
dans laquelle R<sub>5</sub> et R<sub>8</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle et alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>6</sub> est choisi parmi les groupes alkyle, substitués ou non, en C<sub>1</sub> à C<sub>4</sub>, R<sub>7</sub> est choisi parmi l'hydrogène ou les groupes alkyle, substitués ou non, en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, X<sup>-</sup> est un anion ayant la même signification que dans la formule (I),

20



dans laquelle R<sub>9</sub> et R<sub>12</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>10</sub> et R<sub>11</sub> sont semblables ou différents et sont choisis parmi les groupes alkyle substitués ou non, en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, X<sup>-</sup> est un anion ayant la même signification que dans la formule (I),

40



dans laquelle R<sub>13</sub> et R<sub>15</sub> sont semblables ou différents et sont choisis dans le groupe formé par les radicaux alkyle ou alcényle en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifiés, R<sub>14</sub> est choisi dans le groupe formé par H, les radicaux méthyle, éthyle et -(C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O)<sub>x</sub> H, dans lequel n est égal à 2 ou 3 et x est compris entre 1 et 5, et X<sup>-</sup> est un anion ayant la même signification que dans la formule (I).

55  
60

5 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'agent adoucissant A est le méthosulfate de 1-oléylamidoéthyl-2-oléylimidazolinium.

6 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'agent adoucissant A est le chlorure de di-sulf-2-hydroxypropylméthylammonium.

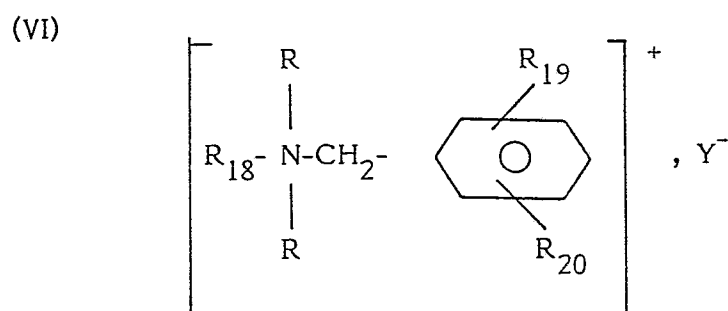
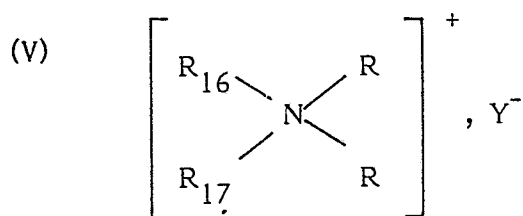
7 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'agent

65

adoucissant A est le méthosulfate de méthyl-bis(sulf-amidoéthyl)-2-hydroxyéthylammonium.

8 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisée en ce que l'agent B est choisi parmi les sels d'ammonium quaternaires et les sels de polyammonium, ce composé contenant éventuellement une seule chaîne alkyle longue en C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>.

9 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que l'agent B est choisi parmi les composés de formules générales suivantes :



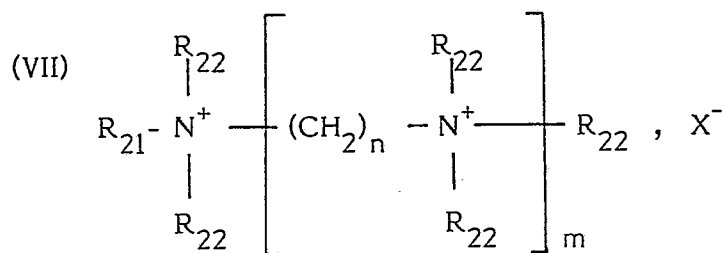
dans lesquelles R est un radical aliphatique ou hydroxyalkoxy en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, éventuellement polyoxyalkoylé, R<sub>16</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 8 à 10 atomes de carbone, éventuellement ramifiés, éventuellement substitués par des groupes éther, ester ou amide,

R<sub>17</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 1 à 4 atomes de carbone, éventuellement ramifiés,

R<sub>18</sub> est choisi parmi les groupes alkyle ou alcényle ayant de 8 à 12 atomes de carbone, de préférence de 12 à 16 atomes de carbone,

R<sub>19</sub> et R<sub>20</sub> sont choisis parmi l'hydrogène ou un halogène,

Y<sup>-</sup> est un anion ayant la même signification que X<sup>-</sup> dans la formule (I),



dans laquelle R<sub>21</sub> est un radical aliphatique en C<sub>8</sub> à C<sub>22</sub>, éventuellement ramifié, éventuellement insaturé,

R<sub>22</sub> est choisi parmi les groupes H, alkyle, hydroxyalkyle, hydroxyalkoxy en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

n est un nombre entier de 1 à 6,

m est un nombre entier de 1 à 5,

X<sup>-</sup> est un anion ayant la même signification que dans la formule (I).

10 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que l'agent B est le chlorure de lauryldiméthylbenzylammonium.

11 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que l'agent B est le chlorure de coco-bis(2-hydroxyéthyl)méthylammonium.

12 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que l'agent B est

le chlorure d'oleyl-bis(2-hydroxyéthyl)méthylammonium.

13 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce que le solvant C est choisi parmi les solvants hydroxylés ou leurs mélanges, et notamment parmi les alcools, polyols, éthers de polyols et polyéthers de polyols.

14 - Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisée en ce que le solvant est choisi parmi l'isopropanol, l'isobutanol, le n-propanol, le méthyl-2-pentanediol-2,4, le 1,2-propylène-glycol et l'éther monométhylque de monopropylèneglycol.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 88 42 0204

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                 |                                                 |                                                             |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | Revendication concernée                         | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)                        |
| D,X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | FR-A-2 523 606 (COLGATE-PALMOLIVE)<br>* En entier *<br>---                      | 1-4,8,9<br>,13,14                               | C 11 D 1/645<br>C 11 D 3/43                                 |
| D,X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | EP-A-0 060 003 (PROCTER & GAMBLE)<br>* Exemples; revendications *<br>---        | 1-4,8,9<br>,13,14                               |                                                             |
| D,X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | EP-A-0 199 382 (PROCTER & GAMBLE)<br>* En entier *<br>---                       | 1-4,7,8<br>,9,13,<br>14                         |                                                             |
| D,X                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | FR-A-2 295 122 (HOECHST)<br>* En entier *<br>---                                | 1-4,8-<br>10,13,<br>14                          |                                                             |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | GB-A-1 165 007 (MILLMASTER ONYX)<br>* Exemple; revendications *                 | 1                                               |                                                             |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | * Exemple; revendications *<br>---                                              | 1                                               |                                                             |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | EP-A-0 165 138 (STEPAN EUROPE)<br>* Exemples; revendications *<br>---           | 1                                               |                                                             |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | EP-A-0 059 502 (PROCTER & GAMBLE)<br>* Exemples; revendications *<br>-----      | 1                                               | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int. Cl.4)<br><br>C 11 D |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |                                                                                 |                                                 |                                                             |
| Lieu de la recherche<br>LA HAYE                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                                                                 | Date d'achèvement de la recherche<br>16-09-1988 | Examineur<br>GOLLER P.                                      |
| <b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b><br>X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire<br><br>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>-----<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                                                                 |                                                 |                                                             |