

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

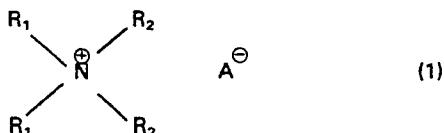
(11) Veröffentlichungsnummer:

0 074 056**A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG(21) Anmeldenummer: **82107983.7**(51) Int. Cl.³: **C 11 D 1/62**
C 11 D 1/835(22) Anmeldetag: **31.08.82**(30) Priorität: **04.09.81 DE 3135013**(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.03.83 Patentblatt 83/11(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE(71) Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt/Main 80(DE)(72) Erfinder: **May, Adolf, Dr.**
Dahlienweg 5
D-6238 Hofheim am Taunus(DE)(72) Erfinder: **Bücking, Hans-Walter, Dr.**
In den Padenwiesen 30
D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)(72) Erfinder: **Hartung, Herbert, Dr.**
Hochriesstrasse 1
D-8261 Burgkirchen/Alz(DE)(54) **Wäscheweichspülmittel.**

(57) Flüssige Wäscheweichspülmittel bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion von Verbindungen der Formel 1



worin R₁ methylverzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit jeweils 12 - 30, vorzugsweise 14 bis 18 C-Atomen, R₂ C₁-C₄-Alkyl und A ein Anion bedeutet sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen.

EP 0 074 056 A1

Wäscheweichspülmittel

Es ist bekannt, daß gewisse kationische quartäre Ammoniumverbindungen, wenn man sie im letzten Spülbad der Waschmaschine zusetzt, den verschiedenen Gewebearten, wie z.B. Baumwolle, Wolle, Baumwoll-
5 synthetik-Mischgewebe, einen guten Griff und gleichzeitig antistatische Eigenschaften verleihen. Es bereitet aber gewisse Schwierigkeiten, höher konzentriert eingestellte Formulierungen dieser Wäscheweichspülmittel herzustellen und sie gleichmäßig in
10 der kalten Spülflotte zu verteilen, weil bei Zusatz von Weichspülern in Form von konzentrierten wäßrigen oder alkoholischen Lösungen gallertartige Ausscheidungen auftreten, die zur Bildung von Flecken auf der Wäsche führen können. Auch die Verdünnung eines
15 solchen Konzentrates auf eine handelsübliche 2 - 5 %ige Formulierung bereitet Schwierigkeiten. Meistens erhält man eine gelartige Mischung, die schwer oder überhaupt nicht mehr in kaltem Wasser dispergierbar ist.

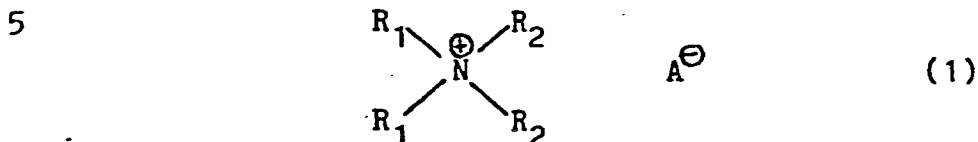
20

Wäscheweichspülmittel werden deshalb bisher allgemein in Form von verdünnten, etwa 2 - 10 %igen wäßrigen Lösungen, verwendet. Diese verdünnten Lösungen weisen jedoch verschiedene Nachteile auf. Sie können
25 z.B. nicht kalt gelagert werden, da sie nach dem Einfrieren und Wiederauftauen eine Gelkonsistenz annehmen und nicht mehr in homogene Lösung gebracht werden können. Ein weiterer Nachteil ist der hohe an sich überflüssige Wassergehalt dieser Lösungen.

30

Es wurde nun gefunden, daß es gelingt, flüssige konzentrierte Zubereitungen von Wäscheweichspülmitteln herzustellen, die diese Nachteile der verdünnten Lösungen nicht aufweisen, und die sich auch
35 in kaltem Spülwasser leicht verteilen.

Gegenstand der Erfindung sind somit flüssige Wäsche-
weichspülmittel bestehend aus einer wäßrigen Lösung
oder Dispersion von Verbindungen der Formel 1



10 worin R_1 methylverzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit
jeweils 12 - 30, vorzugsweise 14 bis 18 C-Atomen,
 R_2 C_1 - C_4 -Alkyl und A ein Anion bedeutet sowie ge-
gebenenfalls weiteren Hilfsstoffen.

15 Die quartären Ammoniumverbindungen der obigen Formel
werden erhalten nach üblichen Verfahren ausgehend
von methylverzweigten Fettsäuren. Aus diesen Säuren
stellt man mit Ammoniak das Amid und daraus das
Nitril her, das durch Hydrieren in das Di-alkylamin
20 überführt wird. Dieses Di-alkylamin wird dann nach
bekannten Verfahren alkyliert und quaterniert. Bei
den methylverzweigten Alkyl- bzw. Alkenylresten han-
delt es sich um Isomeren-Gemische mit unterschied-
licher Position der Methylgruppe. Als Anion A kommt
vorzugsweise ein Chlorid-, Methosulfat-, Ethosulfat-,
25 Methophosphat- oder Ethophosphation in Frage. Als R_2
ist Methyl bevorzugt.

Bei der Bereitung der flüssigen Weichspülmittel ge-
mäß der Erfindung werden diese kationischen weich-
30 machenden Verbindungen zweckmäßig in Form ihrer kon-
zentrierten Lösungen in niederen Alkoholen, vor-
zugsweise Isopropanol oder im Gemisch dieser Alkohole
mit Wasser eingesetzt. Die erfindungsgemäßen Wäsche-
weichspülmittel enthalten in diesem Fall eine bestimm-
35 te Menge solcher niederen Alkohole (ca. 5 - 30 Gew.-%).

Ein weiterer Bestandteil der Wäscheweichspülmittel gemäß der Erfindung können übliche nichtionische Dispergatoren oder Emulgatoren sein auf Basis von Oxalkylaten, die mit dazu beitragen, daß das Wäscheweichspülmittel in kaltem Wasser gut dispergierbar ist. Geeignete nichtionische Dispergatoren sind z.B. Umsetzungsprodukte von jeweils etwa 2 - 12 Mol Ethylenoxid mit einem Alkylphenol wie z.B. Xylenol, aber auch mit einem Alkylphenol mit einem langen Alkylrest von 8 - 10 C-Atomen oder mit einem Fettalkohol mit 8 bis 15 C-Atomen, insbesondere Umsetzungsprodukte von etwa 5 bis 8 Mol EO mit 1 Mol Alkylphenol oder 1 Mol eines 8 bis 15 C-Atome enthaltenden Fettalkohols oder eines Gemisches solcher Fettalkohole. Die Menge dieser nichtionischen Verbindungen beträgt 3 bis 10 Gew.-% bei schwach konzentrierten Wäscheweichspülmitteln mit einem Gehalt der Verbindungen der Formel 1 von ca. 10 bis 30 Gew.-%. Höher konzentrierte Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt der Verbindungen der Formel 1 von ca. 30 bis 70 Gew.-% enthalten vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% der nichtionischen Dispergiermittel. Bei den verdünnten, handelsüblichen Wäscheweichspülmitteln ist die Zugabe von solchen Dispergiermitteln nicht nötig.

25

Solche höher konzentrierten Wäscheweichspülmittel enthalten darüberhinaus vorzugsweise noch 5 bis 30 Gew.-% eines Ethylenglykols, Propylenglykols, Polyethylenglykols, Polypropylenglykols sowie die C₁-C₄-Alkylether dieser Verbindungen. Es versteht sich, daß von dieser Produktgruppe nur solche Verbindungen in Frage kommen, die flüssig sind. Diese Verbindungen zeigen in den erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmitteln eine lösungsvermittelnde Wirkung.

35

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel kann durch einfaches Vermischen der Komponenten

ten oder ihrer konzentrierten Lösungen geschehen. Gegebenenfalls können auch Parfüm, Farbstoff, optische Aufhellungsmittel oder sonstige Hilfsstoffe zugesetzt werden. Zur Einstellung der gewünschten Endkonzentration wird gegebenenfalls noch mit der hierfür notwendigen Menge Wasser verdünnt. Die Mengen der einzelnen Komponenten werden innerhalb der angegebenen Grenzen so gewählt, daß das fertige Mittel, einschließlich eventuell zusätzlicher Mengen an Wasser, Parfüm und Farbstoffen, 100 Gew.-% ergibt.

Die Einsatzmenge der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel beträgt, bezogen auf eine Waschmaschinenfüllung Wäsche (ca. 4 kg) 80 bis 150 ml, 30 bis 70 ml bzw. 10 bis 20 ml für ein Weichspülmittel mit einem Gehalt einer Verbindung der Formel 1 von 2 bis 10 Gew.-% 10 bis 30 Gew.-% bzw. 30 bis 70 Gew.-%.

Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel, die gute weichmachende Eigenschaften aufweisen, lassen sich in kaltem Wasser gut dispergieren, ohne daß es zu einer störenden Gelbildung kommt. Hierbei ist es von Vorteil, daß diese Konzentrate mit geeigneten Dosiervorrichtungen direkt in Haushaltsmaschinen eingegeben werden können. Diese gute Löslichkeit erlaubt es auch, die erfindungsgemäßen Konzentrate erst kurz vor ihrer Eingabe in die Waschmaschine zu verdünnen, so daß die Wäscheweichspülmittel auch in konzentrierter Form und nicht nur als verdünnte wäßrige Lösungen gehandelt werden können. Dadurch entfällt die Notwendigkeit, auf allen Stufen des Handels größere, letzten Endes überflüssige Mengen Wasser transportieren zu müssen.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung.

Beispiela) Herstellung von Diisostearylamin

5 400 g Isostearylamin werden in einem Rührkolben mit
Thermometer und Gaseinleitungsrohr mit 20 g Raney-
Nickel versetzt und 100 l Wasserstoff/Stunde einge-
gast. Die Reaktionstemperatur wird in ca. 30 Minuten
10 auf 160°C gebracht und 1,5 Stunden gehalten. Nach Ab-
kühlen auf ca. 50°C wird der Katalysator abfiltriert
und dabei Diisostearylamin in praktisch quantitati-
ver Ausbeute erhalten. Das Reaktionsprodukt enthält
neben 92,3 % Sekundär-Anteilen 4,7 % bzw. 3 %
Primär- und Tertiär-Aminanteile.

15

b) Herstellung von Diisostearyldimethylammoniumchlorid

126 g Diisostearylamin und 25 g 50 %ige NaOH werden
zusammen mit 100 g Isopropanol in einem 1 l-Glas-
20 autoklaven mit 28 g flüssigem Methylchlorid analog
1 c umgesetzt. Dabei entsteht ein Methylchlorid-
Druck von ca. 5 bar. Nach ca. 2 Stunden Reaktions-
zeit wird 1 g 50 %ige NaOH nachgegeben und weitere
1,5 Stunden bei 80°C umgesetzt.

25

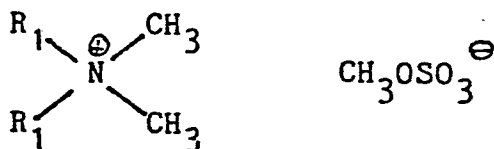
Nach Entspannen des überschüssigen Methylchlorids
wird der pH-Wert der Reaktionsmischung auf 6 - 7
eingestellt und der Rest an Methylchlorid am Reak-
tionsverdampfer entfernt. Nach Absaugen des ausge-
30 fälltten NaCl und Zugabe von 8 g Wasser und 15 g Iso-
propanol werden ca. 150 g Diisostearyldimethyl-
ammoniumchlorid 75 %ig in Isopropanol-Wasser (1:2)
erhalten.

35 Im folgenden sind einige typische Rezepturen für die
erfindungsgemäßen Weichspülmittel zusammengestellt.

1. Handelsübliches, verdünntes Wäschenaachbehandlungsmittel

5 Gew.-% der Verbindung der Formel

5



10 $\text{R}_1 = \text{Isostearyl}$

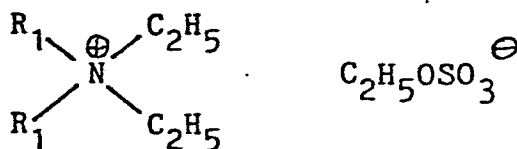
Wasser, Parfüm, Farbstoff, Emulgator ad 100 %

15 Anwendung: 100 ml dieser Mischung für eine Waschmaschinenfüllung (4 kg).

2. Wäscheweichspülmittelkonzentrat

20 Gew.-% der Verbindung der Formel

20



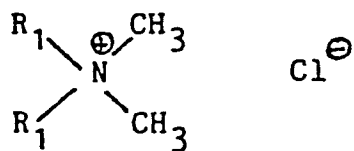
25 $\text{R}_2 = \text{Isostearyl}$

Wasser, Parfüm, Farbstoff, Emulgator ad 100 %

30 Anwendung: 20 ml dieses Konzentrates für eine Waschmaschinenfüllung (4 kg)

3. Hochkonzentriertes Wäscheweichspülmittel

67 Gew.-% der Verbindung der Formel



5 R_1 = Isopalmityl

10 Gew.-% Nonylphenol + 6 Ethylenoxid (Emulgator)

20 Gew.-% Diethylenglykol

3 Gew.-% Parfüm

10

Anwendung: 5 - 20 ml für eine Waschmaschinenfüllung.

PATENTANSPRÜCHE:

HOE 81/F 232

1. Flüssige Wäscheweichspülmittel bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion von Verbindungen der Formel 1

5



10 worin R_1 methylverzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit jeweils 12 - 30, vorzugsweise 14 bis 18 C-Atomen, R_2 C_1 - C_4 -Alkyl und A ein Anion bedeutet sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen.

- 15 2. Flüssige Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1 bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion mit einem Gehalt von 2 bis 3 Gew.-% einer Verbindung der Formel 1 und 0,1 bis 3 Gew.-% eines nicht-ionischen Dispergiermittels.

- 20 3. Flüssige Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1 bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion mit einem Gehalt von 10 bis 30 Gew.-% einer Verbindung der Formel 1 und 3 bis 10 Gew.-% eines nicht-ionischen Dispergiermittels.

25

- 30 4. Flüssige Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1 bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion mit einem Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% einer Verbindung der Formel 1, 5 bis 20 Gew.-% eines nicht-ionischen Dispergiermittels, 5 bis 30 Gew.-% eines C_1 - C_5 -Alkanols und 5 bis 30 Gew.-% eines flüssigen Glykols, Polyglykols oder deren Alkylether.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0074056
Nummer der Anmeldung

EP 82 10 7983.7

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	AU - A - 47011/72 (ASHLAND OIL) * Ansprüche 1 bis 5; Seite 2, Zeilen 1 bis 22; Seite 6, Zeilen 1 bis 9 * ---	1	C 11 D 1/62 C 11 D 1/835
X	FR - A - 1 533 531 (ARMOUR & CO.) * Anspruch *	1	
A	DE - A1 - 2 625 945 (HENKEL & CIE) * Ansprüche 1, 4, 15; Beispiele 12, 15 * --	1-3	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
A	DE - A1 - 2 459 354 (HOECHST AG) * Ansprüche 1, 2 * --	1,4	C 11 D 1/00 C 11 D 3/00
A	DE - A - 2 000 231 (UNILEVER N.V.) * Anspruch * ----	1	
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X. von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y. von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A. technologischer Hintergrund O. nichtschriftliche Offenbarung P. Zwischenliteratur T. der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E. älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D. in der Anmeldung angeführtes Dokument L. aus andern Gründen angeführtes Dokument
☒ Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			& Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Recherchenort Berlin		Abschlußdatum der Recherche 29-11-1982	Prüfer BERTRAM