11 Veröffentlichungsnummer:

0 074 078

A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 82108038.9

(51) Int. Cl.³: C 11 D 1/62

(22) Anmeldetag: 01.09.82

30 Priorität: 04.09.81 DE 3135014

- (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)

- 22 Erfinder: Billenstein, Siegfried, Dr. Samerbergweg 8 D-8261 Burgkirchen/Alz(DE)
- (2) 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)

- (54) Wäscheweichspülmittel.
- 5) Flüssige Wäscheweichspülmittel bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion von Verbindungen der Farmel 1

in der R₁ Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, x und y Wasserstoff oder Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl sein dürfen, n eine ganze Zahl von 1 bis 10, m 1 oder 2, p eine ganze Zahl von 1 bis 5, R₂ Alkyl mit 8 bis 30 Kohlenstoffatomen und A ein Anion bedeutet sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen.

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, Baumwollsynthetik-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 der kalten Spülflotte zu verteilen, weil bei Zusatz von Weichspülern in Form von konzentrierten wäßrigen oder alkcholischen 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. ßigen wäßrigen Lösungen, verwendet. Diese verdünnten Lösungen weisen jedoch verschiedene Nachteile auf. Sie können 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

35

25

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

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

5

15

in der R₁ Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, x und y Wasserstoff oder Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl sein dürfen, n eine ganze Zahl von 1 bis 10, m 1 oder 2, p eine ganze Zahl von 1 bis 5,

R₂ Alkyl mit 8 bis 30 Kohlenstoffatomen und A ein Anion bedeutet sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen. Als Anion A kommt vorzugsweise ein Chlorid-, Methosulfat-, Ethosulfat-, Methophosphat- oder Ethophosphation in Frage. Als R₁ ist Methyl bevorzugt.

25

Diese Verbindungen, die aus der US-PS 3 170 938 bekannt sind, werden hergestellt, indem man zunächst ein Diamin der Formel

30

$$H_2N-(CH_2)_p-NH_2$$

mit Ethylenoxid oder Propylenoxid oder der Mischung nach bekannten Verfahren umsetzt.

35 Dabei erhält man Verbindungen der Formel

10

Die Verbindungen dieser Formel werden dann nach bekannten Verfahren mit langkettigen Fettsäuren umgesetzt.

Man erhält dabei N,N,N',N'-poly(2 Hydroxyalkyl)-1,2
15 diaminoethan-mono, di, tri, tetra fettalkylsäureester der Formel

20
$$R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - O - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - \angle O - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$
 $R_2^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ} - (CH)_m - HC^{\circ}$

25

Die erfindungsgemäß zu verwendenden quartären Verbindungen werden nach bekannten Verfahren durch Umsetzung von Verbindungen der letztgenannten Formel mit Alkylierungs30 reagentien wie beispielsweise Alkylhalogeniden oder Alkylschwefelsäureester umgesetzt. Die quartären Verbindungen fallen dabei je nach eingesetzter Fettsäure als hochviskose Flüssigkeit bis feste Substanzen an.

35

Bei der Bereitung der flüssigen Weichspülmittel gemäß der Erfindung werden diese kationischen weichmachen5

den Verbindungen zweckmäßig in Form ihrer konzentrierten Lösungen in niederen Alkoholen, vorzugsweise Isopropanol oder im Gemisch dieser Alkohole mit Wasser eingesetzt. Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel enthalten in diesem Fall eine bestimmte Menge solcher niederen Alkohole (ca. 5 - 30 Gew.-%).

Ein weiterer Bestandteil der Wäscheweichspülmittel gemäß der Erfindung können übliche nichtionische Dis-10 pergatoren 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 Umsetzungprodukte von etwa 5 bis 8 Mol EO mit 1 Mol Alkylphenol oder 1 Mol eines 8.bis 15 C-Atome enthaltenden Fettalkohols oder eines 20 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 25 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 nichticnischen Dispergiermittel. Bei den verdünnten, handelsüblichen Wäscheweichspülmitteln ist die Zugabe von solchen Dispergiermitteln nicht nötig. Solche verdünnten Wäscheweichspülmittel enthalten die quartäre Ammoniumverbindung in einer Konzentration von 2 bis 10 %.

35 Die höher konzentrierten Wäscheweichspülmittel enthalten darüberhinaus vorzügsweise 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.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittel kann durch einfaches Vermischen der Komponenten oder ihrer konzentrierten Lösungen geschehen. Gegebenenfalls können auch Parfüm, Farbstoff, optische
Aufhellungsmittel oder sonstige Hilfsstoffe zugesetzt
werden. Zur Einstellung der gewünschten Endkonzentra-,
tion wird gegebenenfalls noch mit der hierfür notwendigen Menge Wasser verdünnt. Die Mengen der einzelnenKomponenten 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
30 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
35 können. Diese gute Löslichkeit erlaubt es auch, die erfindungsgemäßen Konzentrate erst kurz vor ihrer Eingabe in die Waschmaschine zu verdünnen, so daß die Wä-

scheweichspülmittel 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.

10 Die Herstellung von Wäscheweichspülmittel gemäß der vorliegenden Erfindung wird in folgenden Beispielen weiter erläutert. Sofern nicht anders angegeben, beziehen sich alle Mengenangaben auf das Gewicht.

15 Beispiel 1

Wäscheweichspülmittel gemäß Formel 1 5 %

R₂ = Ölsäure, p = 2, x, y = H, m = 1,

n = 0, R₁ = CH₃, A = CH₃OSO₃

20 Wasser; Parfüm, Farbstoff ad 100 %

Anwendung 100 ml pro Waschmaschinenfüllung (4 kg Trocken-wäsche)

25 Beispiel 2

Konzentrierte Wäscheweichspülmittel
erfindungsgemäße Verbindung der Formel 1 20 %

R₂ = Talgfettsäure, p = 2, x, y = H,

30 m = 1, n = 0, R₁ = CH₃, A = CH₃OSO₃

Wasser; Parfüm; Farbstoff ad 100 %

Anwendung 20 ml Formulierung pro Waschmaschinenfüllung

35 Beispiel 3

Hochkonzentriertes Wäscheweichspülmittel

	erfindungsgemäße Verbindung der Formel 1	67	%
	$R_2 = $ Ölsäure, p = 2, x, y = H, m = 1,		
	$n = 0$, $R_1 = CH_3$, $\Lambda = CH_3OSO_3$	• •	
-	Nonylphenol + 6 EO (Emulgator)	10	%
5	Diethylenglykol (Lösemittel)	20	%
	Parfüm	3	ø P

Anwendung 5 ml Formulierung pro Waschmaschinenfüllung

Patentansprüche:

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

5

10

in der R₁ Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen, x und y Wasserstoff oder Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl sein dürfen, n eine ganze Zahl von 1 bis
10, m 1 oder 2, p eine ganze Zahl von 1 bis 5, R₂
Alkyl mit 8 bis 30 Kohlenstoffatomen und A ein Anion
bedeutet sowie gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen.

20

2. Flüssige Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1 bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion mit einem Gehalt von 2 bis 10 Gew.-% einer Verbindung der Formel 1 und 0,1 bis 3 Gew.-% eines nichtionischen Dispergiermittels.

25

30

35

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 nichtionischen Dispergiermittels.

-· 4

4. Flüssige Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1 bestehend aus einer wäßrigen Lösung oder Dispersion mit einem Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% einer Verbin-

dung der Formel 1, 5 bis 20 Gew.-% eines nichtionischen Dispergiermittels, 5 bis 30 Gew.-% eines
C₁-C₅-Alkanols und 5 bis 30 Gew.-% eines flüssigen Glykols, Polyglykols oder deren Alkylether.