



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

 Anmeldenummer: 82111555.7

 Int. Cl.³: **C 11 D 1/62**
D 06 M 13/46

 Anmeldetag: 13.12.82

 Priorität: 18.12.81 DE 3150179

 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 29.06.83 Patentblatt 83/26

 Benannte Vertragsstaaten:
 AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
 Postfach 80 03 20
 D-6230 Frankfurt/Main 80(DE)

 Erfinder: **May, Adolf, Dr.**
 Dahlienweg 5
 D-6238 Hofheim am Taunus(DE)

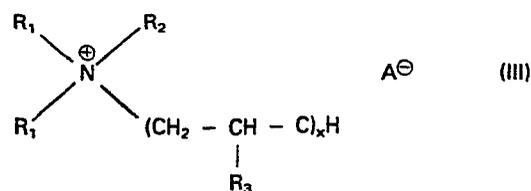
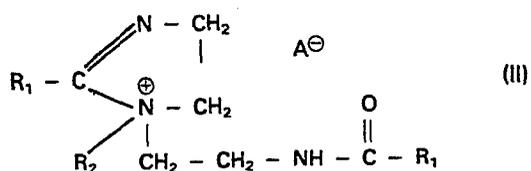
 Erfinder: **Bücking, Hans-Walter, Dr.**
 In den Padenwiesen 30
 D-6233 Kelkheim (Taunus)(DE)

 Erfinder: **Schreiber, Manfred**
 Liederbacher Strasse 84
 D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

 Konzentrierte Vormischungen von Wäscheweichspülmitteln.

 Konzentrierte Vormischungen von Wäscheweichspülmitteln bestehend aus

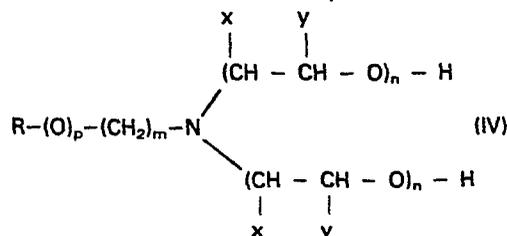
a) 20 bis 70 Gew.-% einer oder mehrere Verbindungen der Formeln I - III



wobei R₁ Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22 Kohlenstoffatomen, R₂ Alkyl mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen, R₃ Methyl oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1-5 und A ein Anion bedeuten

b) 2 bis 60 Gew.-% eines C₈-C₂₂-Paraffins, eines C₈-C₂₂-Fettalkohols, einer C₈-C₂₂-Fettsäure, eines C₈-C₂₂-Fettsäure-C₁-C₁₃-Alkylesters, eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600, eines C₈-C₂₂-Alkylesters eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600 oder eines Polypropylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 1000,

5 bis 25 Gew.-% eines Aminoxethylats der Formel

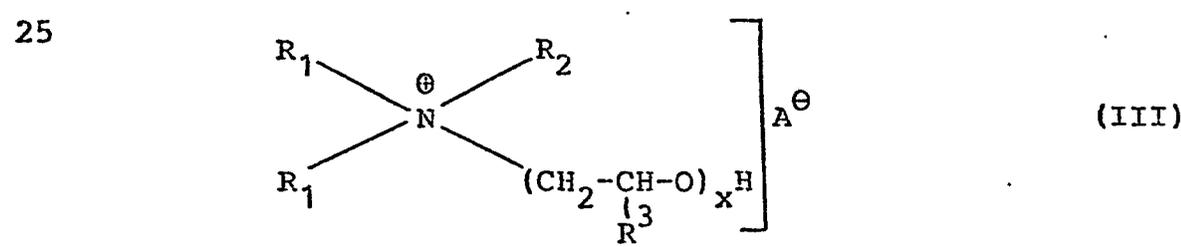
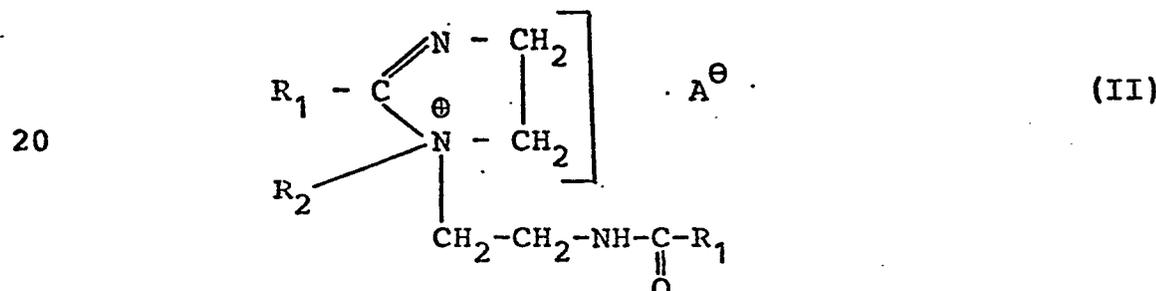
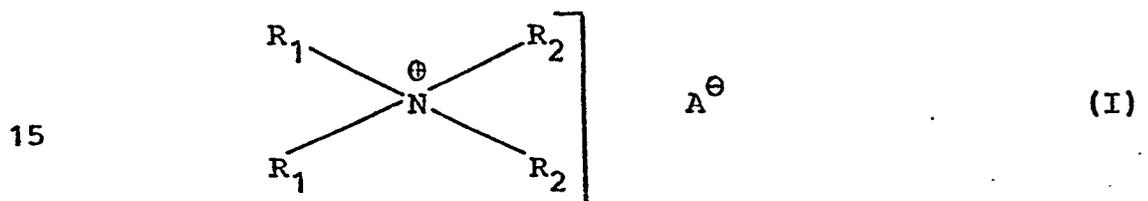


wobei R₁ Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22 Kohlenstoffatomen, x und y Wasserstoff oder Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl darstellen, n eine ganze Zahl von 2 - 40 und m eine Zahl von 0 bis 3, bedeutet, sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%

EP 0 082 456 A2

Konzentrierte Vormischungen von Wäscheweichspülmitteln

Es ist bekannt, daß gewaschene Textilien, besonders solche aus Cellulosefasern, nach dem Trocknen eine unangenehme Verhärtung aufweisen. Dies tritt insbesondere dann ein, wenn die Wäsche im Waschautomaten erfolgt. Eine solche unerwünschte Griffverhärtung kann man dadurch beseitigen, daß man die Textilien nach der Wäsche in einem Spülbad mit kationischen Substanzen behandelt, die mindestens zwei langkettige aliphatische Reste im Molekül enthalten. In der Praxis werden für diesen Zweck besonders die in Wasser dispergierbaren Dialkyldimethylammoniumsalze bzw. Imidazolinderivate der Formeln I - III verwendet:



30 In diesen Formeln bedeutet R₁ Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22, vorzugsweise 10 - 18, Kohlenstoffatomen, R₂ Alkyl mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methyl, R₃ Methyl oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1 - 5 und A ein Anion wie z.B. Cl⁽⁻⁾, Br⁽⁻⁾, CH₃OSO₃⁽⁻⁾ oder CH₃OPO₃⁽⁻⁾.

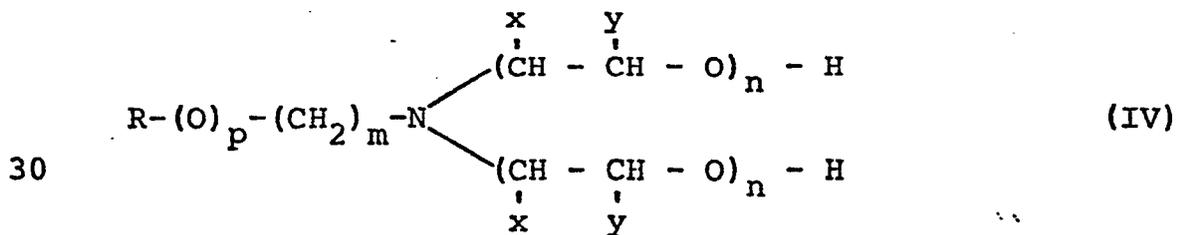
Je nach Art des Alkylrestes R_1 sind die Produkte dieser Formeln I - III von flüssiger bzw. fester Konsistenz. Ist R_1 ein gesättigter Rest, so ist das Produkt bei Zimmertemperatur fest. Der Transport erfolgt dann in geheizten Tankzügen oder Bahnkesselwagen. Für den Transport nach Übersee wird es in Fässern geliefert. Die Hersteller von Wäscheweichspülmitteln lassen die Produkte dann in beheizbare Tankanlagen umfüllen. Wird der Rohstoff verarbeitet, so erfolgt eine Dispergierung des aufgewärmten Produktes in heißem Wasser. Wird Faßware verarbeitet, so müssen die Produkte zunächst in einer Faßerwärmungsanlage verflüssigt werden und können dann weiterverarbeitet werden.

Bestehen dagegen die Alkylreste der Verbindungen I - III aus ungesättigten Einheiten, so sind diese Derivate bei Zimmertemperatur flüssig. Sie können mit kaltem Wasser zu Dispersionen verarbeitet werden. Flüssige Wäscheweichspülmittelrohstoffe weisen aber im Vergleich zu den gesättigten Derivaten einen reduzierten Weichmachungseffekt auf. Um vergleichbare Griffeigenschaften zu erreichen, muß man bei ungesättigten Verbindungen wesentlich mehr kationische Substanz dem Gewebe anbieten. So entsprechen in der weichmachenden Wirkung 1 kg der Verbindungstypen Formel I bis III mit gesättigtem Rest R_1 ca. 1,33 kg der Verbindungstypen der Formel I bis III mit ungesättigtem Rest R_1 .

Man bevorzugt daher Verbindungen der Formeln I - III mit gesättigten Alkylgruppen, die aber für den Hersteller von gebrauchsfertigen Wäscheweichspülmitteln die oben geschilderten Nachteile haben. Um diese Nachteile zu vermeiden, stellt sich daher für den Produzenten der genannten quartären Ammoniumverbindungen die Aufgabe, diese Verbindungen in einer solchen Form dem weiterverarbeitenden Betrieb zur Verfügung zu stellen, daß sich eine Erwärmung oder Verflüssigung dieser Rohstoffe erübrigt. Dies erfolgt in der Weise, daß der Hersteller die quartären Ammoniumverbindun-

gen in Form einer hochkonzentrierten flüssigen Einstellung, die als Vorkonzentrat bezeichnet wird, ausliefert. Mit Wasser allein lassen sich jedoch solche hochkonzentrierten Einstellungen nicht herstellen, man erhält damit nur Lösungen mit einem sehr niedrigen Gehalt an Wirksubstanz. Es wurde nun gefunden, daß man wesentlich höhere Konzentrationen erreichen kann, wenn man die quartären Ammoniumverbindungen mit einem flüssigen Fettaminoxethylat sowie mit einem Paraffin, einem Fettalkohol, einer Fettsäure, einem Fettsäureester, einem Polyglykol oder einem Polyglykol-ester oder deren Mischungen kombiniert.

- Gegenstand der Erfindung sind somit konzentrierte Vor-
- mischungen von Wäscheweichspülmitteln die bestehen aus
- a) 20 bis 70, vorzugsweise 35 bis 45 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen der oben angegebenen Formeln I - III,
 - b) 20 bis 60, vorzugsweise 40 bis 60 Gew.-% eines C₈-C₂₂-, vorzugsweise C₁₃-C₁₈-Paraffins, eines C₈-C₂₂-, vorzugsweise C₁₆-C₁₈-Fettalkohols, einer C₈-C₂₂-, vorzugsweise C₁₆-C₁₈-Fettsäure, eines C₈-C₂₂-, vorzugsweise C₁₆-C₁₈-Fettsäure-C₁-C₁₃-Alkylesters, eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600, eines C₈-C₂₂-, vorzugsweise C₁₄-C₁₆-Alkylesters eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600 oder eines Polypropylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 1000,
 - c) 5 bis 25 Gew.-% eines Aminoxethylats der Formel



wobei R₁ Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22, vorzugsweise 16 - 18, Kohlenstoffatomen, x und y Wasserstoff oder Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl darstellen, n eine ganze Zahl von 2 - 40 bevorzugt 10, p eine Zahl von

0 bis 1 bevorzugt 0 und m eine Zahl von 0 - 3, für den Fall $p = 1$ ist m bevorzugt 3, bedeutet, sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%. Als Komponenten b) kommen in Frage unter anderem handelsübliche Paraffine im C_8-C_{22} ,
5 bevorzugt im $C_{13}-C_{18}$ Bereich, Fettalkohole, z.B. Oleyl-alkohol, Fettsäuren z.B. Isostearinsäure, Fettsäureester, z.B. Butyl-stearat, 2-Ethylhexylstearat, Iso-Tridecylstearat, Polyglykol-400-monolaurat, Polyglykol-400-mono-stearat, Polyglykole mit einem Molgewicht von 200 - 600 oder
10 Polypropylenglykole mit einem Molgewicht von 200 - 1000. Diese unter b) aufgeführten Hilfsweichmacher können jeweils für sich oder in Mischungen miteinander eingesetzt werden.

15 Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen Vormischungen noch weitere Substanzen und Hilfsmittel enthalten. Hierbei handelt es sich um Substanzen oder Hilfsmittel, wie z.B. kationische oder nichtionische oberflächenaktive Substanzen, Lösungsvermittler wie z.B. p-Cumolsulfonat, Elektro-
20 lyte, Absäuerungsmittel wie z.B. Phosphorsäure, Essigsäure, organische Komplexbildner, optische Aufhellungsmittel sowie Farb- und Duftstoffe. Sie dienen zur zusätzlichen Beeinflussung des Warengriiffs oder sonstiger Eigen-
25 schaften der zu behandelnden Textilien oder zur Viskositätseinstellung, zur pH-Regulierung oder zur Erhöhung der Kältestabilität.

Die Herstellung dieser konzentrierten Vormischungen erfolgt
30 durch einfaches Verrühren der einzelnen Komponenten im angegebenen Verhältnis in Wasser. Man erhält Lösungen oder Dispersionen, die bei Zimmertemperatur flüssig sind und ohne Aufheizung transportiert werden können. Sie lassen sich auch unter normalen Bedingungen in Tanks lagern.

Für die Herstellung handelsüblicher Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt an Wirksubstanz von ca. 4 bis 8 % lassen sich diese Vormischungen ohne weiteres mit Wasser verdünnen. Mit entsprechend weniger Wasser kann man aber daraus
5 auch sogenannte 3-fach, 4-fach, 6-fach oder 8-fach-Konzentrate herstellen. Die Anwendung dieser Wäscheweichspülmittel erfolgt wie üblich, indem man sie im Anschluß an die Textilwäsche in das letzte Spülbad gibt und das Textilmaterial dann trocknet.

10

In den folgenden Beispielen sind einige erfindungsgemäße Wäscheweichspülmittel-Vormischungen beschrieben. Prozentangaben sind in allen Fällen Gewichtsprozent. Die Herstellung dieser Vormischungen erfolgt in allen Fällen
15 durch einfaches Verrühren der flüssigen Einzelkomponenten in der Kälte.

Beispiel 1

	Distearyldimethylammoniumchlorid	40 %
	Paraffin C ₁₃ -C ₁₇	45 %
	Oleylamin + 2 EO	15 %

5

Aussehen bei Zimmertemperatur: flüssig, trüb
Viskosität: 700 mPas

Beispiel 2

10	Distearyldimethylammoniumchlorid	50 %
	Polyglykol 400	36 %
	Oleylamin + 2 EO	14 %

Aussehen bei Zimmertemperatur: flüssig trüb
15 Viskosität: 650 mPas

Beispiel 3

	Distearylfettalkylimidazoliummethosulfat	40 %
	Oleylalkohol	45 %
20	Talgfettamin + 2 EO	15 %

Aussehen bei Zimmertemperatur: flüssig trüb
Viskosität: 700 mPas

25 Beispiel 4

	Distearyldimethylammoniumchlorid	45 %
	Butylstearat	40 %
	C ₁₂ -C ₁₄ -Etheramin + 2 EO	15 %

30 Aussehen bei Zimmertemperatur: flüssig
Viskosität: 700 mPas

Beispiel 5

	Distearyldimethylammoniumchlorid	70 %
35	Iso-Stearylalkohol	20 %
	Stearylamin + 8 EO	10 %

Aussehen: trüb flüssig

Viskosität: 600 mPas

Beispiel 6

5	Distearyldimethylammoniumchlorid	50 %
	Polypropylenglykol 700	40 %
	Oleylamin + 2 EO	10 %

Beispiel 7

10	Distearyldimethylammoniumchlorid	40 %
	Polyglykol 400 monolaurat	50 %
	Oleylamin + 2 EO	10 %

15 Aus den erfindungsgemäßen Beispielen lassen sich durch Zusatz von Wasser, Emulgatoren, Säure, Verflüssiger handelsübliche Wäscheweichspülmittel mit ca. 5 - 8 % Gehalt an weichmachender Substanz produzieren. Als Emulgatoren können übliche Substanzen wie z.B. nichtionische Tenside des Typs Nonylphenoloxethylate bzw. Alkoholoxethylate eingesetzt werden. Es bereitet aber auch keine Schwierigkeiten, 20 konzentrierte Wäscheweichspülmittel wie z.B. 3-fach-Konzentrate, 4-fach-Konzentrate, 6-fach-Konzentrate herzustellen.

25 In den folgenden Beispielen sind einige gebrauchsfertige Wäscheweichspülmittel in Form sogenannter 3-fach Konzentrate beschrieben, die aus den oben beschriebenen Vormischungen hergestellt werden.

30 Beispiel 8

20 g der Vormischung aus Beispiel 1 werden mit 0,9 g Parfüm und 0,5 g eines nichtionischen Emulgators des Typs Nonylphenol + 10 EO gemischt. Getrennt davon löst man 0,5 g Na-para-Cumolsulfonat (40 %) sowie 8 ml 1n H_3PO_4 35 in 70,10 ml kaltem Wasser. Diese Lösung wird in die Vormischung eingerührt. Man erhält eine stabile Emulsion. Die Viskosität beträgt ca. 100 mPas.

Beispiel 9

25 g der Vormischung aus Beispiel 2 werden mit 0,9 g Parfüm und 1 g eines nichtionischen Emulgators des Typs Isotri-decylalkohols mit 10 EO gemischt. Man gibt 5 ml einer 10 %igen CaCl_2 -Lösung in 61,4 ml kaltem Wasser. Diese Lösung wird in die Vormischung eingerührt. Man erhält eine stabile Emulsion. Die Viskosität beträgt ca. 150 mPas.

In der gleichen Weise wie in den Beispielen 8 und 9 angegeben, werden folgende Wäscheweichspülmittel hergestellt:

Beispiel 10

	Vormischung aus Beispiel 3	20 %
	C_{12} - C_{15} -Alkohol + 10 EO	1 %
15	Parfüm	0,9 %
	CaCl_2 -Lösung (10 %ig)	8 %
	H_3PO_4 (1 m)	6,7 %
	Wasser	ad 100 %

20 Beispiel 11

	Vormischung aus Beispiel 4	25 %
	Nonylphenol + 9 EO	1 %
	Parfüm	0,9 %
	CaCl_2 -Lösung (10 %ig)	7,5 %
25	H_3PO_4 (1 m)	6,7 %
	Wasser	ad 100 %

Beispiel 12

	Vormischung aus Beispiel 5	23 %
30	Nonylphenol + 10 EO	0,5 %
	Parfüm	0,8 %
	CaCl_2 -Lösung (10 %ig)	
	H_3PO_4 (1 m)	6,7 %
	Wasser	ad 100 %

35 Beispiel 13

	Vormischung aus Beispiel 6	20 %
	Nonylphenol + 10 EO	1 %
	Parfüm	0,9 %

CaCl ₂ -Lösung (10 %ig)	6,5 %
H ₃ PO ₄ (1 m)	5,4 %
Wasser	ad 100 %

5 Beispiel 14

Vormischung aus Beispiel 7	28 %
Nonylphenol + 9 EO . . .	1 %
Parfüm	0,9 %
CaCl ₂ -Lösung (10 %)	5 %

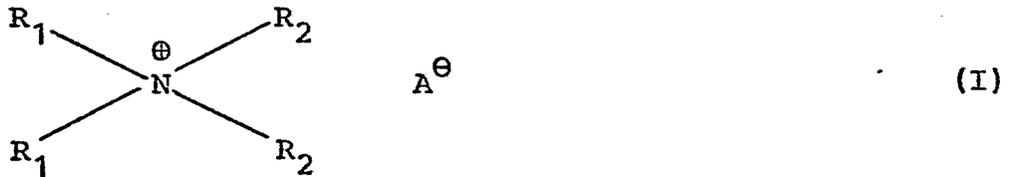
10 H ₃ PO ₄ (1 m)	6,2 %
Wasser	ad 100 %

Patentansprüche:

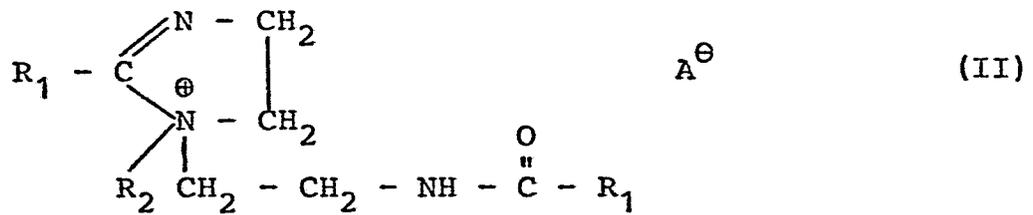
1. Konzentrierte Vormischungen von Wäscheweichspülmitteln bestehend aus

a) 20 bis 70 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen der Formeln I - III

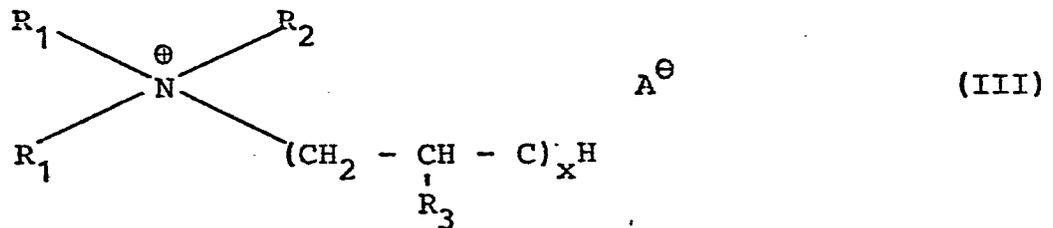
5



10



15



20

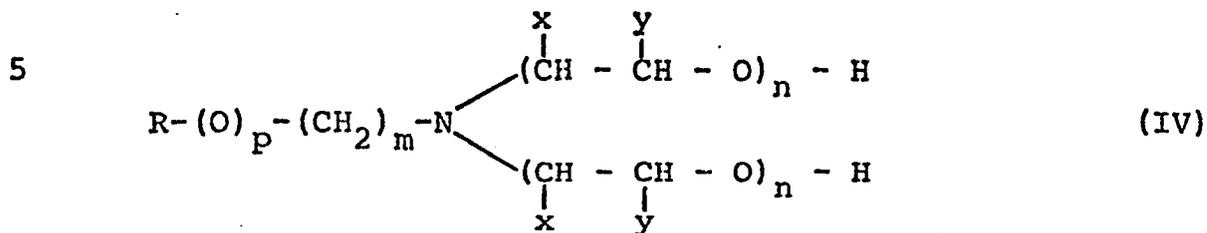
wobei R_1 Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise $C_{10} - C_{18}$ Kohlenstoffatomen, R_2 Alkyl mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methyl, R_3 Methyl oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1 bis 5 und A ein Anion bedeuten,

25

b) 2 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 60 Gew.-%, eines $C_8 - C_{22}$ -, vorzugsweise $C_{13} - C_{18}$ -Paraffins, eines $C_8 - C_{22}$ -, vorzugsweise $C_{16} - C_{18}$ -Fettalkohols, einer $C_8 - C_{22}$ -, vorzugsweise $C_{16} - C_{18}$ -Fettsäure, eines $C_8 - C_{22}$ -, vorzugsweise $C_{16} - C_{18}$ -Fettsäure- $C_1 - C_{13}$ -Alkylesters, eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600, eines $C_8 - C_{22}$ -, vorzugsweise $C_{14} - C_{16}$ -Alkylesters eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 200 bis 600 oder eines Polypropylenglykols mit einem

35

Molgewicht von 200 bis 1000,
5 bis 25 Gew.-% eines Aminoxethylats der Formel



10 wobei R₁ Alkyl oder Alkenyl mit 8 - 22, vorzugsweise
16 - 18, Kohlenstoffatomen, x und y Wasserstoff oder
Methyl, wobei x und y jedoch nicht gleichzeitig Methyl
darstellen, n eine ganze Zahl von 2 - 40, bevorzugt
10, p eine Zahl von 0 bis 1 bevorzugt 0 und m eine Zahl
15 von 0 bis 3, für den Fall p = 1 bevorzugt 3, bedeutet,
sowie Wasser entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%.

2. Konzentrierte Vormischungen nach Anspruch 1, bestehend
aus 35 bis 45 Gew.-% der Komponente a), 40 bis 60 Gew.-%
20 der Komponente b) und 5 bis 20 Gew.-% der Komponente c)
sowie Wasser bis zum Ausgleich von 100 %.