

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

**0 111 074  
A2**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: 83109466.9

(51)

Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 11 D 3/00**  
**C 11 D 3/08, C 11 D 1/62**

(22)

Anmeldetag: 23.09.83

(30)

Priorität: 27.11.82 DE 3243983

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
20.06.84 Patentblatt 84/25

(84)

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

(71)

Anmelder: **Degussa Aktiengesellschaft**  
**Weissfrauenstrasse 9**  
**D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)**

(72)

Erfinder: **Müller, Karl-Hans, Dr.**  
**Robert-Koch-Strasse 17**  
**D-6454 Bruchköbel(DE)**

(72)

Erfinder: **Diehl, Manfred, Dr.**  
**Zeisselstrasse 7**  
**D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)**

(54)

**Wäscheweichmachmittelkonzentrat.**

(57)

Das Wäscheweichmachmittelkonzentrat besteht aus einem oder mehreren Wäscheweichmachmitteln, synthetischer Kieselsäure und gegebenenfalls einem oder mehrerer Lösungsvermittler.

Das Wäscheweichmachmittelkonzentrat stellt ein rieselfähiges Pulver dar.

**EP 0 111 074 A2**

01 82 202 MS

05 Degussa Aktiengesellschaft  
6000 Frankfurt am Main 1

### Wäscheweichmachmittelkonzentrat

10

Die Erfindung betrifft ein Wäscheweichmachmittelkonzentrat.

15 Wäscheweichmachmittel werden zur Griffverbesserung und zur Erhöhung der Weichheit von textilen Geweben der Waschflotte zugesetzt. Derartige Wäscheweichmachmittel können vor allem kationische Tetraalkylammoniumverbindungen und Imidazolinderivate sein, deren Wirksamkeit von der chemischen Beschaffenheit der Alkylgruppen abhängt.

20

Da die Wäscheweichmachmittel wegen dieser langen Alkylreste nicht wasserlöslich sind, kommen sie in Form einer 5 - 8 %igen wässrigen Dispersion in den Handel. Die grosse Verdünnung hat deutliche wirtschaftliche Nachteile. Es sind grosse, unhandliche und teure Gebinde erforderlich und vor allem wird sehr viel Wasser transportiert. Ferner würde eine denkbare automatische Dosierung in einer Haushaltswaschmaschine durch das große Volumen der erforderlichen Tanks erschwert.

25

30 Es ist bekannt, Wäscheweichmachmittelkonzentrate die ebenfalls Dispersionen sind und einen Gehalt an Wäscheweichmachmittel von 15 bis 30 % aufweisen, zu verwenden.

35

Diese bekannten Wäscheweichmachmittelkonzentrate weisen jedoch mit zunehmender Konzentration eine exponentiell steigende Viskosität auf. (Tenside Detergents 18 (1981) 5 S.243-246).

Gegenstand der Erfindung ist ein Wäscheweichmachmittelkonzentrat, welches aus einer Mischung von einem oder mehreren Wäscheweichmachmitteln, synthetischer Kieselsäure und gegebenenfalls einem oder mehrerer Lösungsvermittler besteht.

In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung kann das Wäscheweichmachmittelkonzentrat allein aus dem Wäscheweichmachmittel und bis zu 50 Gew.-% synthetischer Kieselsäure bestehen.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann das Wäscheweichmachmittelkonzentrat 30 bis 35 Gew.-% synthetischer Kieselsäure enthalten. Der Aktivsubstanzgehalt beträgt dann bis zu 70 %.

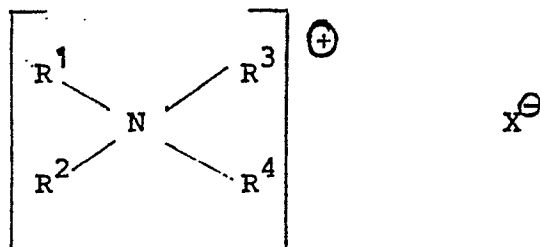
Als synthetische Kieselsäuren können neben ofengetrockneten und vermahlenen gefällten Kieselsäuren auch sprühgetrocknete gefällte Kieselsäuren, die sowohl vermahlen als auch nicht vermahlen sind, eingesetzt werden. Weiterhin können hochtemperaturhydrolytisch hergestellte (pyrogen hergestellte) Kieselsäuren eingesetzt werden.

Die in dem erfindungsgemäßen Wäscheweichmachmittelkonzentrat vorhandenen kationischen Wäscheweichmachmittel sind handelsübliche bekannte Produkte. Es handelt sich vorzugsweise um kationische stickstoffhaltige Verbindungen, wie quaternäre Ammoniumverbindungen und Aminsalze, die ein oder zwei wenigstens 8 Kohlenstoffatome aufweisende gradkettige organische Reste besitzen, von denen vorteilhaft wenigstens ein Rest

01 82 202 MS

- 4. -

12 bis 22 Kohlenstoffatome enthält. Bevorzugt sind in dem erfindungsgemäßen Mittel als Wäscheweichmacher quartäre Ammoniumverbindungen der folgenden Formel vorhanden:



10

worin  $R^1$  für einen langkettigen aliphatischen Rest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder eine Fettsäureestergruppe,  $R^2$  für einen langkettigen aliphatischen Rest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder einen Aryl-, Aryloxy-, Alkoxy- oder Aralkylrest mit 6 bis 28 Kohlenstoffatomen oder eine Fettsäureestergruppe,  $R^3$  und  $R^4$  für Alkyl- oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Hydroxypolyalkoxyalkylreste mit 4 bis 20 Kohlenstoffatomen stehen und X ein ein wasserlösliches Salz bildendes Anion, wie beispielsweise ein Halogenid (Chlorid, Bromid, Jodid), Sulfat, Methosulfat, Acetat, Hydroxid-Anion oder eine ähnliche anorganische löslichmachende ein- oder zweibasische Gruppe bedeutet. Es kann sich bei dem Stickstoff um einen Ringstickstoff handeln, und die Reste  $R^2$  und  $R^3$  können durch einen aus 4 bis 5 Kohlenstoffatomen gebildeten Ring ersetzt sein. Besonders gute Ergebnisse erzielt man mit solchen Verbindungen der angegebenen Formel, in denen die Reste  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  und  $R^4$  je gradkettige aliphatische Reste, wie beispielsweise Alkylreste, sind. Beispiele für im erfindungsgemäßen Wäscheweichmachmittel gut brauchbare quartäre Ammoniumverbindungen als Wäscheweichmacher sind: hydriertes Di-tallöldimethylammoniumchlorid; ethoxyliertes Distearyl-dimethylammoniumchlorid; Dimethyl-

35

-5-

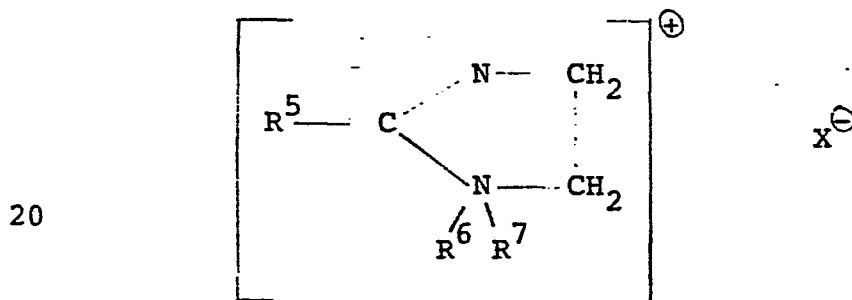
01 82 202 MS

- 5. -

distearylammoniumchlorid; Trimethylstearyl-ammoniumbromid;  
 05 Cetyltrimethyl-ammoniumchlorid; Di-cocodimethyl-ammonium-  
 chlorid; Cetylpyridiniumchlorid; Alkyldimethylbenzyl-ammo-  
 niumchlorid mit höherer Alkylgruppe; Diisobutylphenoxy-  
 ethyldimethylbenzyl-ammoniumchlorid; Laurylisochinolinium-  
 bromid; Distearyldimethyl-ammoniumbromid; Distearyldime-  
 10 thyl-ammoniummethosulfat; Dimethyl-diacachidyl-behenyl-ammo-  
 niumchlorid; Di(soja)-dimethylammoniumchlorid; Stearyldi-  
 methylbenzyl-ammoniumchlorid.

Als Wäscheweichmacher sind auch Verbindungen der Formel:

15



brauchbar, worin  $\text{R}^5$  für einen langkettigen aliphatischen  
 Rest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^6$  für einen Alkyl-  
 25 rest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^7$  für einen Alkyl-  
 amidoalkylrest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen  
 Hydroxyalkylrest mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen stehen.  
 Beispiele dafür sind 2-Heptadecyl-1-methyl-1- [(2-stearyl-  
 amido)-ethyl] -imidazolinmethylsulfat und 2-Heptadecyl-1-  
 30 hydroxyethyl-imidazolinchlorid,

Beispiele für Amine, die in Form ihrer wasserlöslichen Salze  
 im erfindungsgemäßen Wäscheweichmachmittel verwendet werden  
 können, sind primäres Tallölammin, primäres Cocoamin, primäres  
 35 hydriertes Tallölammin, Tallöl-1,3-propylendiamin, Olyl-1,3-

propylendiamin und Coco-1,3-propylendiamin. Die besonders  
05 gut brauchbaren wasserlöslichen Salze der zuvor auf-  
führten Amine sind beispielsweise das Sulfat, das Hydrogen-  
sulfat und das Chlorid. Die Benennung "Coco" steht für  
Fettsäuregruppen, die in den Fettsäuren des Kokosnußöls  
vorhanden sind. Solche Säuren enthalten 8 bis 18 Kohlen-  
10 stoffatome je Molekül; es überwiegen dabei die Säuren mit  
12 bis 14 Kohlenstoffatomen.

Die erfindungsgemäßen Wäscheweichmachmittelkonzentrate  
können bis zu insgesamt 35 Gew.-% eines Lösungsvermittlers  
15 und Wasser, bezogen auf die Menge an Wäscheweichmachmittel,  
enthalten.

Als Lösungsvermittler können eingesetzt werden: Isopropanol,  
Ethanol, Glykol, Benzolsulfonate, Toluolsulfonate, Xylolsul-  
20 fonate oder Netzmittel, wie z.B. nichtionische Tenside, wie  
Nonylphenolethoxylate, Fettalkoholethoxylate u.a.

Das erfindungsgemäße Wäscheweichmachmittelkonzentrat ist  
25 ein leicht rieselfähiges Pulver. Es ist lagerfähig und be-  
anspruchte auf Grund seiner pulverförmigen Beschaffenheit  
nur einen geringen Verpackungsraum. Es läßt sich leicht  
dosieren und kann gegebenenfalls mit Waschmittel kombiniert  
werden.

30

-7-

35

01 82 202 MS

- 7. -

Beispiele

- 05 1. Das Wäscheweichmachmittel REWOQUAT<sup>®</sup> CR 3099 (100 %) (=Di-  
fettsäureesterdimethylammoniummethosulfat) wird auf 60°C  
erhitzt und mit 31 Gew.-% Sipernat 22 S vermischt. Das  
erhaltene Wäscheweichmachmittelkonzentrat ist ein riesel-  
fähiges Pulver.  
10
2. Die 75 %ige Wäscheweichmachmitteldispersion REWOQUAT<sup>®</sup>  
W 7500 (75 %) (=quarternäre Imidazoliniumdialkylverbindung  
75 % mit 25 % Isopropanol) wird mit 34 Gew.-% Sipernat 22  
vermischt. Das erhaltene Wäscheweichmachmittelkonzentrat ist  
15 ein rieselfähiges Pulver.
3. Die 75 %ige Wäscheweichmachmitteldispersion REWOQUAT<sup>®</sup>  
W 7500 H wird zuerst aufgeschmolzen und dann mit 35 %  
Sipernat 50 vermischt.  
20 Das erhaltene Wäscheweichmachmittelkonzentrat ist ein  
rieselfähiges Pulver.
4. Die 75 % Wäscheweichmachmitteldispersion Präpagen WK (=Diste-  
aryldimethylammoniumchlorid) wird mit 32 % Sipernat 50 S  
25 vermischt.  
Das erhaltene Wäscheweichmachmittelkonzentrat ist ein riesel-  
fähiges Puvler.
- 30 Die verwendete Kieselsäure Sipernat 22 ist eine gefällte und  
sprühgetrocknete Kieselsäure. Sie weist die folgenden physika-  
lich-chemischen Kenndaten auf:

01 82 202 MS

- 8. -

	Oberfläche nach BET	m <sup>2</sup> /g	190
05	Mittlere Größe der Primärteilchen	nm	18
	Stampfdichte nach DIN 53 194	g/l	270
	Trocknungsverlust nach DIN 55 921		
10	(2 h bei 105°C)	%	6
	Glühverlust nach DIN 55 921 bezogen auf die 2 h bei 105°C getrocknete Substanz		
	(2 h bei 1000°C)	%	5
15	pH-Wert nach DIN 53 200 (in 5 %iger wässriger Dispersion)		6,3
	SiO <sub>2</sub> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	98
20	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	0,2
	Na <sub>2</sub> O (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	1
25	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	0,03
	CaO (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	-
30	SO <sub>3</sub> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	0,8
	Cl <sup>-</sup> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geprühte Substanz)	%	-
	Siebrückstand nach DIN 53 580		
35	(nach Mocker, 45 µm)	%	0,5

01 82 202 MS

- 9. -

Die verwendete Kieselsäure Sipernat 22 S ist eine sprühge-  
 05 trocknete und vermahlene Fällungskieselsäure mit den folgen-  
 den physikalisch-chemischen Kenndaten:

	Oberfläche nach BET	m <sup>2</sup> /g	190
	Mittlere Größe der		
10	Primärteilchen	nm	18
	Stampfdichte		
	nach DIN 53 194	g/l	120
	Trocknungsverlust		
	nach DIN 55 921		
	(2 h bei 105°C)	%	6
15	Glühverlust nach DIN		
	55 921 bezogen auf die 2 h		
	bei 105°C getrocknete Sub-		
	stanz		
	(2 h bei 1000°C)	%	5
	pH-Wert nach DIN 53 200		
	(in 5 %iger wässriger Dis-		
20	persion)		6,3
	SiO <sub>2</sub>		
	(bezogen auf die 2 h bei 1000°C		
	geglühte Substanz	%	98
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		
	(bezogen auf die 2 h bei		
	1000°C geglühte Substanz)	%	0,2
25	Na <sub>2</sub> O		
	(bezogen auf die 2 h bei 1000°C		
	geglühte Substanz	%	1
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		
	(bezogen auf die 2 h bei		
	1000°C geglühte Substanz)	%	0,03
30	CaO		
	(bezogen auf die 2 h bei		
	1000°C geglühte Substanz)	%	-

-10-

35

01 82 202 MS

- 10. -

05	SO <sub>3</sub> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geglühte Substanz)	%	0,8
	Cl <sup>-</sup> (bezogen auf die 2 h bei 1000°C geglühte Substanz)	%	-
10	Siebrückstand nach DIN 53 580 (nach Mocker, 45 µm)	%	0,2

Die eingesetzten Kieselsäuren Sipernat 50 und 50 S sind  
sprühgetrocknete Fällungskieselsäure mit den folgenden  
15 physikalisch-chemischen Daten:

		<u>Sipernat 50</u>	<u>Sipernat 50 S</u>
	Oberfläche nach BET	m <sup>2</sup> /g	450
	Stampfdichte <sup>1)</sup>	g/l	200
20	Trocknungsverlust <sup>2)</sup>		100*
	(2h bei 105°C)	%	6
	Glühverlust <sup>2) 5)</sup>		6
	(2h bei 1000°C)	%	5
	pH-Wert <sup>3)</sup>		
	(in 5%iger wässriger Dis-		
25	persion)	7	7
	SiO <sub>2</sub> -Gehalt <sup>6)</sup>	%	99
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalt <sup>6)</sup>	%	0,2
	Na <sub>2</sub> O-Gehalt <sup>6)</sup>	%	0,3
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gehalt <sup>6)</sup>	%	0,03
30	SO <sub>3</sub> -Gehalt <sup>6)</sup>	%	0,4
	Siebrückstand <sup>4)</sup>		
	(nach Moker 45 µm)	%	0,1
	Dibutylphthalat-Aufnahme	%	330

35

-11-

01 82 202 MS

- 11. -

- 1) nach DIN 53 194
- 05 2) nach DIN 55 921
- 3) nach DIN 53 200
- 4) nach DIN 53 580
- 5) bezogen auf die 2 Stunden bei 105°C getrocknete Substanz
- 6) bezogen auf die 2 Stunden bei 1000°C gegläute Substanz

10

\* unverdichtete Ware

15

20

25

30

35

01 82 202 MS

05        Degussa Aktiengesellschaft  
          6000 Frankfurt am Main 1

10                Wäscheweichmachmittelkonzentrat

Patentansprüche

- 15   1. Wäscheweichmachmittelkonzentrat, bestehend aus einer Mischung von einem oder mehreren Wäscheweichmachmitteln, synthetischer Kieselsäure und gegebenenfalls einem oder mehrerer Lösungsvermittler.
- 20   2. Wäscheweichmachmittelkonzentrat nach Anspruch 1, bestehend aus einem oder mehrerer Wäscheweichmachmittel und bis zu 50 Gew.-% synthetischer Kieselsäure.

25

30

35