

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

0 188 242
A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21

Anmeldenummer: 86100273.1

51

Int. Cl.⁴: **C 11 D 1/835**
C 11 D 1/52, C 11 D 3/32
D 06 M 13/46

22

Anmeldetag: 10.01.86

30

Priorität: 18.01.85 DE 3501521

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
23.07.86 Patentblatt 86/30

84

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

71

Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)

72

Erfinder: **Nüsslein, Hans, Dr.**
Ludwig-Wolker-Strasse 25
D-4018 Langenfeld(DE)

72

Erfinder: **Völkel, Theodor**
Sudetenstrasse 36
D-4000 Düsseldorf(DE)

72

Erfinder: **Puchta, Rolf, Dr.**
Schubertweg 1
D-5657 Haan 1(DE)

54

Wässriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel.

57

Wäßrige Textilweichmacher-Konzentrate erhält man durch Vermischen einer Schmelze aus
a) einer textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindung,
b) einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin,
c) einem dispergierend wirkenden C₈-C₂₂-Alkyl-/Alkenylaminpolyglykoether
bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duft- und Farbstoffen und anschließendem Abkühlen.

0188 242 A2

4000 Düsseldorf, 06.08.1985
Henkelstraße 67

Henkel KGaA
ZR-FE/Patente

Dr. Ms/Ne

- 1 -

P a t e n t a n m e l d u n g

D 7199 EP

"Wäßriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel"

Die vorliegende Erfindung betrifft ein wäßriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit besonders guter
5 Verteilbarkeit in Wasser.

Wäßrige Textilweichmachungsmittel, die zur Nachbehandlung frisch gewaschener Wäsche in der Regel dem letzten Spülbad des Waschprozesses in einer automatischen Waschmaschine zugegeben werden, enthalten etwa 3 bis
10 etwa 6 % textilweichmachende Wirkstoffe. Hierbei handelt es sich meist um weitgehend wasserunlösliche quartäre Ammoniumverbindungen mit 2 langen Resten im Molekül. Zu den wirksamsten Verbindungen dieses Typs gehört das in großem Umfang eingesetzte Ditalgalkyldi-
15 methylammoniumchlorid. In jüngster Zeit sind außer diesen Textilweichmachungsmitteln mit einem verhältnismäßig niedrigen Wirkstoffgehalt auch sogenannte Konzentrate bekannt geworden, die den Vorteil haben, eine größere Wirkstoffmenge im gleichen Volumen aufzuweisen.
20 Derartige Weichspülerkonzentrate enthalten etwa 10 bis 15 % textilweichmachende Wirkstoffe. Besonders hoch konzentrierte Textilweichmacher enthalten sogar etwa 50 Gew.-% an textilweichmachenden Wirkstoffen. Beispie-

...

le für derart hochkonzentrierte wäßrige Textilweichma-
chungsmittel sind die Produkte der DE-OS 33 14 677.
Beim Gebrauch werden die Konzentrate entweder auf die
übliche Wirkstoffkonzentration von ca. 3 bis ca. 6 %
5 mit Wasser verdünnt, oder es werden entsprechend
geringere Mengen der konzentrierten Textilweichma-
chungsmittel dem letzten Spülwasser zugesetzt. Sowohl
beim Verdünnen der Textilweichmacherkonzentrate als
auch beim Einspülen der Konzentrate in das Spülwasser
10 werden an die Verteilbarkeit der Konzentrate im Wasser
hohe Ansprüche gestellt. Zur Verbesserung der Verteil-
barkeit in Wasser enthalten daher die Textilweichma-
cherkonzentrate Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw.
Hilfsmittel und Viskositätsregulatoren, die unter-
15 schiedlichsten Stoffklassen angehören. Im allgemeinen
tragen diese Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw.
Hilfsstoffe ihrerseits nicht zur Weichmachung der
Textilien bei und sind daher als Ballaststoffe anzu-
sehen. Es ist daher immer wieder versucht worden, mit
20 einem Minimum an derartigen nichtweichmachenden Hilfs-
mitteln in Weichspülmitteln auszukommen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß in
bestimmter Weise zusammengesetzte Weichmachungsmittel,
die nahezu oder vollständig frei sind von nichttextil-
25 weichmachenden Hilfsmitteln, bei ausgezeichneter
weichmachender Wirkung besonders gute Verteilbarkeit in
Wasser aufweisen. Diese gute Verteilbarkeit wirkt sich
nicht nur bei der Anwendung der Weichmachungsmittel im
Wasch- bzw. Nachbehandlungsprozess aus, sondern es wird
30 auch eine besonders einfache Herstellung damit gewähr-
leistet. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist
daher ein wäßriges, konzentriertes Textilweichmachungs-
mittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartä-
ren Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt

...

aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhalten durch Vermischen einer Schmelze aus

- a) der quartären Ammoniumverbindung,
 - 5 b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und
 - c) einem dispergierend wirkenden C_8-C_{22} -Alkyl-/Alkenylaminpolyglykoether
- bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser und an-
- 10 schließendem Abkühlen vorliegt.

Als quartäre Ammoniumverbindungen eignen sich vor allem solche mit zwei langkettigen, gesättigten oder ungesättigten aliphatischen Gruppen mit je 14 bis 26, insbesondere im wesentlichen 16 bis 20, Kohlenstoffatomen und

15 wenigstens einem quartären Stickstoffatom im Molekül. Die langkettigen aliphatischen Gruppen können geradkettig oder verzweigt sein und dementsprechend von Fettsäuren, bzw. von Fettaminen, Guerbetaminen oder aus den durch Reduktion von Nitroparaffinen erhältlichen

20 Alkylaminen abstammen. Die aliphatischen Gruppen können auch Ester-, Ether- oder Amidgruppen enthalten. Geeignete quartäre Ammoniumverbindungen können sich vom Ammoniak ableiten, d. h. man erhält derartige Verbindungen durch Alkylierung von langkettigen sekundären oder

25 tertiären Aminen. Beispiele für derartige Quartärverbindungen sind Distearyldimethylammoniumchlorid bzw. Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Dioleyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Ditalgalkylmethylhydroxyethylammoniumchlorid oder

30 -methosulfat oder Ditalgalkylmethylhydroxypropylammoniumchlorid oder -methosulfat bzw. die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an die genannten Hydroxyalkyl-Derivate. Andere geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die durch Umsetzung von 1 Mol eines Aminoalkyl-

...

ethyldiamins oder Hydroxyalkylethyldiamins mit 2 Mol einer langkettigen C_{14} - C_{26} -Fettsäure oder deren Ester erhältlichen Imidazolinverbindungen, die anschließend durch Alkylierung in die quartären Imidazoliniumverbindungen übergeführt werden. In allen diesen quartären Ammoniumverbindungen besteht das Anion im allgemeinen aus dem Säurerest, der in dem zur Quaternierung verwendeten Alkylierungsmittel enthalten ist. Beispielsweise kommt als Anion daher Chlorid, Bromid, Methylsulfat, Ethylsulfat, Methan-, Ethan- oder Toluolsulfonat in Frage. Gute Resultate werden auch erhalten, wenn die quartären Ammoniumverbindungen Gemische von Imidazolin-Derivaten und von Ammoniak-Derivaten mit je zwei C_{14} - C_{26} -Alkyl- oder Alkenylgruppen darstellen. Ebenfalls gut geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die quaternierten Veresterungsprodukte von 1 Mol Methyldiethanolamin oder Methyldipropylamin oder insbesondere Methyldiisopropanolamin mit 2 Mol einer C_8 - C_{22} -Monocarbonsäure.

Bei den als Bestandteil b) geeigneten Kondensationsprodukten handelt es sich um die aus der DE-AS 19 22 047 bekannten Produkte, die durch Umsetzen eines natürlichen Fetts, d. h. eines Trifettsäureglycerids aus Fettsäuren, die 8 bis 24 Kohlenstoffatome enthalten und zu wenigstens 50 Gew.-% aus solchen mit 16 oder mehr Kohlenstoffatomen pro Fettsäurerest bestehen, mit einem Hydroxyalkylpolyamin, das wenigstens eine Hydroxyethyl-, Hydroxypropyl- oder Dihydroxypropylgruppe und wenigstens 2 an Stickstoff-gebundene Wasserstoffatome besitzt, mit der Maßgabe, daß bei dieser Umsetzung, bezogen auf 1 Mol des Hydroxyalkylpolyamins, für jede darin vorhandene primäre und sekundäre Aminogruppe und jede Hydroxylgruppe $1/3$ mol des Trifettsäureglycerids zur Umsetzung gelangt sind, hergestellt werden. Diese Kondensationsprodukte sind

...

Bestandteile einer Wirkstoffkomponente für Wäschenachspülmittel. Der zweite Teil dieser Wirkstoffkomponente besteht aus quartären textilweichmachenden und/oder antimikrobiellen Ammoniumverbindungen. Die Wäschenachspülmittel der DE-AS 19 22 047 mit der genannten Wirkstoffkombination zeichnen sich durch eine hervorragende Kältestabilität aus. Beispiele für die genannten Hydroxyalkylpolyamine sind Hydroxyethylethyldiamin, Dihydroxyethylethyldiamin, Hydroxyethyldiethylenetriamin, Hydroxypropyldiethylenetriamin. Die im folgenden der Einfachheit halber "Kondensationsprodukte" genannten Verbindungen stellen Gemische verschiedener Verbindungen dar. Außer Monoamiden, Diamid und Diamidester enthalten sie 10 bis 30 Gew.-% Fettsäureteilglyceride (Mono- und Difettsäureglyceride). Die Fettsäurekondensationsprodukte können als Reaktionsnebenprodukt auch Trifettsäureglyceride, freie Fettsäuren, freies Amin und Glycerin enthalten.

Bei den C_8-C_{22} -Alkyl-/Alkenylaminpolyglykoethern (Bestandteil c) der erfindungsgemäßen Weichspülmittel), die im folgenden Fettaminpolyglykoether genannt werden, handelt es sich um Verbindungen, deren Fettalkyl- oder Fettalkenyl-Rest 8 bis 22, vorzugsweise 16 bis 18, Kohlenstoffatome enthält. Die Verbindungen enthalten 1 oder 2 Polyglykoetherreste, die sich von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid ableiten. Die Anzahl der Alkylenoxidgruppen im Molekül beträgt 2 bis 50 und insbesondere 25. Besonders gute Resultate erhält man mit dem Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin.

Die erfindungsgemäßen Mittel enthalten insbesondere 10 bis 40 Gew.-% der Wirkstoffe a) quartäre Ammoniumverbindung und b) Kondensationsprodukt, wobei das Gewichtsver-

...

hältnis von Wirkstoff a) zu Wirkstoff b) innerhalb des Bereichs von 10 : 1 bis 1 : 15 liegt. Für die Herstellung von Weichmacherkonzentraten mit einem Wirkstoffgehalt der Wirkstoffe a) und b) im unteren Konzentrations-

5 Bereich braucht wegen der guten Wasserverteilbarkeit der erfindungsgemäßen Konzentrate das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, nur mäßig erwärmt zu werden; im allgemeinen sind zur Homogenisierung von Produkten mit niedrigen Wirkstoffgehalten auch keine

10 Homogenisiergeräte mit besonders hoher Wirksamkeit erforderlich, obwohl die Verwendung derartiger Geräte in der Regel nicht schädlich ist und besonders rasch zu feinteiligen stabilen Produkten führt. Derartige Produkte benötigen keinen oder nur sehr geringe Mengen

15 eines Viskositätsregulators, da die Viskosität dieser Produkte sowohl unmittelbar nach der Herstellung als auch nach längerer Lagerung keine zusätzlichen Maßnahmen oder Additive zur Viskositätsregulierung erfordert. Mittel mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b)

20 von insgesamt 10 bis 18 Gew.-% sind daher bevorzugt. Für die Herstellung von ebenfalls bevorzugten höher konzentrierten Weichmachungsmitteln mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von insgesamt 20 bis 35 Gew.-% ist es zur Erzielung von feinteiligen stabilen

25 Produkten in der Regel erforderlich, das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, auf Temperaturen von bis zu etwa 80 °C zu erwärmen und Dispergiergeräte zu verwenden, die mit hohen Scherkräften arbeiten. Außerdem empfiehlt sich, derartigen Konzentraten

30 Viskositätsregulatoren, auf die später noch näher eingegangen wird, zuzusetzen, um die Viskosität während der Herstellung, während der Lagerung und der Verwendung innerhalb eines erwünschten Bereichs einzustellen. Abhängig von der Herstellungsweise und der Verwendung

35 von Viskositätsregulatoren sowie je nach der Konzentra-

...

tion der Wirkstoffe erhält man dünnflüssige, dickflüssige oder auch pastöse Wirkstoffkonzentrate, denen gemeinsam ist, daß sie sowohl bei der Herstellung als auch bei der Verwendung in Wasser leicht verteilbar sind und daß sie ihre Viskosität während der Lagerung praktisch nicht oder nur geringfügig verändern. Gießbare Produkte werden zweckmäßigerweise in Flaschen abgefüllt, während pastenförmige oder auch dickflüssige Produkte am besten in Tuben oder in Spendern für pastenförmige Produkte abgefüllt werden.

Die Weichheitsleistung und die Verteilbarkeit in Wasser der erfindungsgemäßen Produkte kann noch gesteigert werden, wenn man den Produkten zusätzlich 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend und weichmachend wirkende Polyglykolether zusetzt. Geeignete Polyglykolether leiten sich von Ethylenoxid ab und haben ein Molgewicht im Bereich von 200 bis 8000, vorzugsweise im Bereich von 200 bis 1 000, und insbesondere im Bereich 400 bis 600. Eine weitere Steigerung der weichmachenden Leistung der erfindungsgemäßen Produkte läßt sich erzielen, wenn die Produkte einen Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern aufweisen; geeignete Fettsäureester sind Fettsäureglycerinester, wovon die Trifettsäureglycerinester besonders bevorzugt sind. Die Fettsäureester sind in den erfindungsgemäßen Produkten vorzugsweise in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-% enthalten. Auch der Zusatz verschiedener Stoffe aus anderen Verbindungsklassen bewirkt in vielen Fällen eine Steigerung der Weichheitsleistung und/oder der Verteilbarkeit in Wasser. Geeignete Zusätze sind Etheramine der Formel $R-(C_2H_4O)_n-NR^1R^2$. In dieser Formel bedeutet R einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, n eine Zahl zwischen 2 und 10, R^1 und R^2 , die gleich oder verschieden sein können, bedeuten $-C_2H_4OH$

...

oder deren Ester mit C_{10} - C_{20} -Monocarbonsäuren oder mit Sulfobernsteinsäure bzw. Alkalimetallsalzen dieser Säuren. Gut geeignet sind auch quartäre Ammoniumsalze der zuletzt genannten Verbindungen, bei denen an das Stickstoffatom eine weitere Alkylgruppe mit 1 bis 14 Kohlenstoffatomen unter Ausbildung einer positiven Ladung, die durch ein die Elektroneutralität herstellendes Anion, in der Regel das Chlorid-Anion, ausgeglichen wird. Andere geeignete Zusätze sind Ester von Fettalkoholen, insbesondere Taigalkohol mit gegebenenfalls hydroxylsubstituierten Monocarbonsäuren mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen. Außer den oben genannten niedermolekularen Polyglykolethern sind in manchen erfindungsgemäßen Zusammensetzungen auch hochmolekulare Polyglykolether, deren Molekulargewicht im Bereich von etwa 10 000 bis 80 000 liegt, geeignet. Ebenfalls sind 2-Benzylalkanolpolyglykolether mit 2 bis 10 Mol Ethylenoxid als Zusätze geeignet, insbesondere dann, wenn die zugrundeliegende Alkoholkomponente 2-Benzyl-octanol ist. Auch Anlagerungsprodukte von 2 bis 10 Mol Ethylenoxid an verzweigte Alkohole, wie beispielsweise Isotridecanol sowie an hydroxylsubstituierte Fettalkohole lassen sich in vielen Fällen mit Erfolg als Zusätze verwenden. Auch 1,4-Alkylglycoside und 2,2-Alkylglycoside mit Alkylresten, die 10 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisen, sind geeignete Zusätze.

Erfindungsgemäße Produkte mit einem pH-Wert in unverdünntem Zustand von etwa 3,5 bis 5 weisen ein besonders günstiges Viskositätsverhalten auf. Ein pH-Wert innerhalb dieses Bereiches stellt sich entweder durch die Verwendung von Kondensationsprodukten ein, die nach einer Variante der in der DE-AS 19 22 047 beschriebenen

- Herstellungsweise unter Verwendung von Säure hergestellt wurden, oder man setzt zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes diese Säure separat zu, falls das Kondensationsprodukt nicht genügend oder gar keine
- 5 Säure enthält. Geeignete Säuren sind organische oder anorganische, nichttensidische Säuren, die wasserlöslich sind. Beispiele für geeignete Säuren sind Essigsäure, Oxalsäure, Glykolsäure, Milchsäure, Citronensäure, Weinsäure sowie Salzsäure, Schwefelsäure oder
- 10 Phosphorsäure. Auch Gemische der genannten Säure sind verwendbar. Von den organischen Säuren ist die Glykolsäure bevorzugt, während von den anorganischen Säuren Orthophosphorsäure zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes bevorzugt wird.
- 15 Besonders wertvolle Eigenschaften weisen Weichmacherkonzentrate auf, deren Zusammensetzung innerhalb der folgenden Konzentrationsbereiche liegt:
- a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen,
b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 0,3 bis
- 20 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säure. Weiterhin enthalten die erfindungsgemäßen Mittel Wasser und sonstige in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe, wie z. B. Konservierungsstoffe, Viskositätsregulatoren, Duftstoffe und
- 25 Farbstoffe. Zur Vermeidung von Verfärbungen der erfindungsgemäßen Produkte, die durch einen Gehalt der verwendeten Rohstoffe an Schwermetallionen verursacht werden könnte, empfiehlt sich der Zusatz von geringen
- 30 Mengen Schwermetallkomplexbildner.

Als Konservierungsstoffe kommen mikrobizid wirkende Verbindungen infrage. Viskositätsregulatoren sind die wasserlöslichen Alkali- oder Erdalkalimetallsalze von

...

ein- oder mehrwertigen organischen oder anorganischen Säuren. Beispiele für geeignete Viskositätsregulatoren sind Natriumchlorid, Natriumformiat, Natriumacetat, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Calciumchlorid;
5 besonders wirksame Viskositätsregulatoren sind Magnesiumchlorid und Calciumchlorid.

Die erfindungsgemäßen Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern können den Fettsäureester entweder in einem großen Unterschuß
10 gegenüber den textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen oder etwa in gleichen Mengen, wie die textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen enthalten. Erfindungsgemäße Mittel mit einem Gewichtsverhältnis von quartären Ammoniumverbindungen zu
15 Fettsäureestern im Bereich von 40 : 1 bis 100 : 1 sowie im Gewichtsverhältnis im Bereich von 2 : 1 bis 1 : 2 weisen besonders interessante Eigenschaften auf und sind daher bevorzugt. Besonders bevorzugt sind Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an a) 5 bis 10
20 Gew.-% quartären Ammoniumverbindungen, b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure. Mittel mit besonders ausgewogenen
25 Eigenschaften enthalten a) als quartäre Ammoniumverbindung Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid, b) ein Kondensationsprodukt aus Rindertalg und Hydroxyethylethylen-diamin, c) ein Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin, d) einen Polyglykolether mit
30 einem Molekulargewicht von 400, e) Tristearinsäureglycerinester und f) Orthophosphorsäure.

Das Herstellverfahren für die erfindungsgemäßen Produkte hat einen Einfluß auf die Eigenschaften der erfin-

...

5 dungsgemäß zusammengesetzten Produkte. Ein Verfahren
zur Herstellung der erfindungsgemäßen Produkte ist
daher ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfin-
dung. Das Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen
10 konzentrierten Textilweichmachungsmittels mit einem
Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumver-
bindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem
natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin ist
dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quar-
15 täre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt und
Fettaminpolyglykolether, gegebenenfalls zusammen mit
einem Polyglykolether und einem Fettsäureester bei
Temperaturen von 50 bis 70°C unter Bildung einer
homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmel-
20 ze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwen-
dung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte
entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von
bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung ver-
mischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei
25 gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen
Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in
Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe zusetzt. Die
Temperatur der Wirkstoffschmelze ist so zu wählen, daß
die Schmelze eine homogene Mischung darstellt. Je nach
30 der Konzentration und den Mengenverhältnissen der
Wirkstoffe in der Schmelze erwärmt man das Wasser, mit
dem die Schmelze zu einer homogenen Dispersion ver-
mischt werden soll, auf Temperaturen bis zu 80°C. Von
Konzentration und Zusammensetzung der Schmelze hängt es
35 auch ab, ob man ein Mischaggregat, das starke Scherkräf-
te entwickelt, und die Verwendung von Viskositätsregu-
latoren zur Homogenisierung und zur Einstellung einer
gewünschten Viskosität benötigt. Die Säure setzt man
der abgekühlten homogenisierten Mischung zu, wobei in
der Regel eine Viskositätserniedrigung beobachtet wird.

...

Durch Art und Menge der zugesetzten Säure läßt sich innerhalb eines gewissen Bereichs die Viskosität der homogenisierten Dispersion steuern. Eine zusätzliche Möglichkeit zur Viskositätsregulierung stellt die

5 Verwendung von Viskositätsregulatoren dar. Man verwendet daher Viskositätsregulatoren dann, wenn durch die Herstellung und die eingesetzte Säure eine ausreichende Viskositätsregulierung nicht möglich gewesen ist. Setzt man einen Viskositätsregulator zu, beobachtet man

10 in der Regel bereits nach Zusatz von geringen Mengen Viskositätsregulatoren eine drastische Verringerung der Viskosität, was ein weiterer Vorteil der erfindungsgemäßen Mittel und des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellt. Die Menge der einzusetzenden Säure ist

15 entweder der Menge des verwendeten Fettaminpolyglykolethers äquivalent oder es wird ein kleiner Überschuß oder Unterschuß an Säure verwendet. Die Abweichungen von einer äquivalenten Menge liegen in der Regel nicht höher als etwa 20 Mol-%.

...

Beispiele

Die folgenden Beispiele illustrieren die Erfindung, ohne sie hierauf zu beschränken; das für Beispiel 1 beschriebene Verfahren gilt sinngemäß auch für die folgenden Beispiele, in denen der eine oder andere Rohstoff, soweit er nicht zwingend erforderlich ist, im Vergleich zu Beispiel 1 fehlt; dementsprechend fehlt dann auch der Einarbeitungsschritt für den gegenüber Beispiel 1 weggelassenen Rohstoff.

Beispiel 1

10 10 Gew.-Teile Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid,
1,5 Gew.-Teile eines Kondensationsproduktes (herge-
stellt, indem man 900 g gehärteten Rindertalg auf 95 °C
erwärmt, 114 g N-Hydroxyethylethyldiamin innerhalb
von 35 Minuten in den Rindertalg einrührt, 4 Stunden
15 bei 100 °C nachrührt, auf 90 °C abkühlen läßt, 42,6 g
70%ige Glykolsäure hinzugibt und dann noch 30 Minuten
bei 90 °C nachrührt), 1,5 Gew.-Teile eines Anlagerungs-
produktes von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin,
1,0 Gew.-Teil eines Polyethylenglykols mit einem Molge-
20 wicht von 400, 0,15 Gew.-Teilen Trifettsäureglycerid (1
Gew.-% C₁₄-, 29 Gew.-% C₁₆-, 70 Gew.-% C₁₈-Fettsäure)
wurden in einem temperierbaren Mischbehälter auf 65 °C
erhitzt; das Gemisch bildete eine klare dünnflüssige
Schmelze. Diese Schmelze wurde in 85 Gew.-Teilen Wasser
25 von 60 °C unter Verwendung eines Intensivmischers
(Ystral-Turbine) eingerührt. Nach 10 Minuten Rühren
bildete der Ansatz eine homogene Paste. Nach Beginn der
Kühlung des Behälter-Inhalts wurde mit Orthophosphor-
säure unter weiterem Rühren in der Paste ein pH-Wert
30 von 4,5 eingestellt. Beim Erreichen von 48 °C gab man

...

0,2 Gew.-Teile $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in Form einer 10-gewichts-
prozentigen wäßrigen Lösung als Viskositätsregulator
zu. Die Viskosität des Ansatzes verringerte sich
spontan; sie betrug bei 20 °C 38 mPas. Nach weiterem
5 Abkühlen auf 30 °C (nach 60 Minuten) wurden geringe
Mengen Konservierungsmittel, Farbstoff und Duftstoff
(Duftnote, frisch/blumig) hinzugeben und vermischt.
Nach 40 Minuten betrug die Ansatztemperatur 20 °C und
die Viskosität 43 mPas. Diese Viskosität veränderte
10 sich auch nach längerem Lagern nur unwesentlich; das
Produkt ließ sich leicht mit Wasser verdünnen.

Behandelte man mit diesem Konzentrat, das man auf eine
Konzentration von 0,3 g Wirkstoff pro Liter Wasser
verdünnt hatte, Textilien aus Baumwolle, Wolle, synthe-
15 tischen Fasern und Mischgewebe, so stellte eine Gruppe
von 5 in der Beurteilung der Weichheit von Textilien
geübten Personen eine ausgezeichnete Weichheit der nach
der Behandlung getrockneten Textilien fest. In gleicher
Weise, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurden die wie
20 folgt zusammengesetzten Weichmacherkonzentrate herge-
stellt, geprüft und ähnlich gut beurteilt:

...

Rohstoff/Beispiel	2	3	4
Ditalgdimethylammoniumchlorid	10	10	10
Kondensationsprodukt	1,0	1,0	2,0
Stearylamin + 25 E0	1,5	1,5	1,5
5 Polyethylenglykol, MG 400	2,0	1,0	1,0
Trifettsäureglycerid	0,15	0,15	0,15
Ester aus Isononansäure und hydriertem C ₁₆ -C ₁₈ -Fettalkohol	-	-	0,2
Rest wie Beispiel 1			

- 10 Bei dem Trifettsäureglycerid handelt es sich um denselben Rohstoff wie in Beispiel 1 beschrieben.

Beispiele 5 bis 9

Rohstoff/Beispiel	5	6	7	8	9
Distearyldimethylammoniumchlorid	2	2	2	2	2
15 Kondensationsprodukt	8,5	11	15	21	25
Stearylamin + 25 E0	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Polyethylenglykol, MG 400	2,0	1,0	2,0	3,5	5,0
Trifettsäureglycerid	1,5	0,15	0,25	0,4	0,5
20 Isononansäureester	-	0,5	0,6	0,7	1,0
Rest wie in Beispiel 1					

Das Produkt gemäß Beispiel 5 ist eine leichtbewegliche Flüssigkeit, die Produkte der Beispiele 6 und 7 sind dickflüssig bis pastös, das Produkt von Beispiel 9 ist eine Paste. Allen Produkten gemeinsam ist die gute Wasserverteilbarkeit.

Bei dem Trifettsäureglycerid und dem Isononansäureester handelt es sich um dieselben Rohstoffe, wie in Beispiel 1 bzw. Beispiel 4 beschrieben. Verwendete man statt Distearyldimethylammoniumchlorid andere als Textilweichmacher geeignete quartäre Ammoniumverbindungen, erhielt man vergleichbare Ergebnisse. Ebenso erhielt man vergleichbare Ergebnisse, wenn man statt des Kondensationsproduktes auf Basis von gehärtetem Rindertalg Kondensationsprodukte auf Basis von gehärtetem Palmöl, Erdnußöl oder deren Mischungen verwendete.

In gleicher Weise wie zuvor beschrieben, lassen sich auch niedriger konzentrierte Textilweichmacher herstellen, die beispielsweise nur etwa 3 bis etwa 8 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen plus Kondensationsprodukt enthalten; diese Mittel ergeben ohne Zusatz von Viskositätsregulatoren in Wasser leicht verteilbare, dünnflüssige Produkte mit guter Weichmacherwirkung.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Wäßriges, konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhalten durch Vermischen einer Schmelze aus
- 5 a) der quartären Ammoniumverbindung,
b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und
- 10 c) einem dispergierend wirkenden C_8 - C_{22} -Alkyl-/Alkenylaminpolyglykolether bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duft- und Farbstoffen und
- 15 anschließendem Abkühlen, vorliegt.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 40 Gew.-% hat und das Verhältnis von a) zu b) im Bereich von 10 : 1 bis 1 : 15 liegt.
- 20 3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 18 Gew.-% hat.
4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 20 bis 35 Gew.-% hat.
- 25

5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend wirkende Polyglykoether (Polyethylenglykol) mit einem Molgewicht von 200 bis 8000, vorzugsweise von 200 bis 1 000 und insbesondere 400 bis 600 enthält.
6. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich textilweichmachende Fettsäureester, vorzugsweise Fettsäureglycerinester und insbesondere einen Trifettsäureglycerinester in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-% enthält.
7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich eine organische oder anorganische, nichttensidische Säure enthält.
8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es
 - a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
 - b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt
 - c) 0,3 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykoether
 - d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykoether, (Polyethylenglykol)
 - e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester
 - f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säureund im übrigen Wasser und sonstige in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe wie Konservierungsstoffe, Viskositätsregulatoren, Duft- und Farbstoffe enthält.
9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichtsverhältnis von 40 : 1 bis 100 : 1 enthält.

...

10. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichtsverhältnis von 2 : 1 bis 1 : 2 enthält.
- 5 11. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es
- a) 5 bis 10 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
 - b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt
 - c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether
 - 10 d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether
 - e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester
 - f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure
- enthält.
12. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch
- 15 gekennzeichnet, daß des
- a) Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid
 - b) das Kondensationsprodukt von Rindertalg mit Hydroxyethylethylendiamin
 - c) das Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an
 - 20 1 Mol Stearylamin
 - d) Polyglykolether mit einem Molgewicht von 400
 - e) Tristearinsäureglycerinester
 - f) Orthophosphorsäure
- enthält.
- 25 13. Verfahren zum Herstellen eines wäßrigen konzentrierten Textilweichmachungsmittels mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin,
- 30 dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quartäre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt und Fettaminpolyglykolether, gegebenenfalls zu-

sammen mit einem Polyglykoether und einem Fettsäureester bei Temperaturen von 50 bis 70 °C unter Bildung einer homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmelze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwendung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung vermischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe zusetzt.