



⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift :
02.06.93 Patentblatt 93/22

⑤① Int. Cl.⁵ : **D06M 13/405**

②① Anmeldenummer : **90902188.3**

②② Anmeldetag : **15.01.90**

⑧⑥ Internationale Anmeldenummer :
PCT/EP90/00075

⑧⑦ Internationale Veröffentlichungsnummer :
WO 90/08217 26.07.90 Gazette 90/17

⑤④ TEXTILBEHANDLUNGSMITTEL.

③⑩ Priorität : **23.01.89 DE 3901820**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :
06.11.91 Patentblatt 91/45

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
02.06.93 Patentblatt 93/22

⑧④ Benannte Vertragsstaaten :
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

⑤⑥ Entgegenhaltungen :
EP-A- 38 862
DE-A- 3 530 302
DE-A- 3 601 856
DE-A- 3 730 792
US-A- 3 454 494

⑦③ Patentinhaber : **Henkel**
Kommanditgesellschaft auf Aktien
Henkelstrasse 67
W-4000 Düsseldorf 13 (DE)

⑦② Erfinder : **UPHUES, Günter**
Robert-Koch-Strasse 45
W-4019 Monheim (DE)
Erfinder : **PLOOG, Uwe**
Haydnweg 6
W-5657 Haan (DE)
Erfinder : **BISCHOF, Klaudia**
Selmer Strasse 10
W-4712 Werne (DE)

EP 0 454 741 B1

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft Textilbehandlungsmittel auf der Basis von Kondensationsprodukten aus Carbonsäuren oder Carbonsäure-Derivaten mit Polyaminen, die besonders gut in Wasser dispergierbar sind. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung der Textilbehandlungsmittel und deren Verwendung. Unter Textilbehandlungsmitteln werden im Rahmen dieser Erfindung Erzeugnisse verstanden, die in Mitteln zur Veredelung von Fasern und Garnen, in Waschmitteln und in Nachbehandlungsmitteln von gewaschenen Textilien eingesetzt werden können.

Für die Behandlung von Textilfasern, -garnen oder -geweben wird eine Vielzahl von Verbindungen oder Stoffgemischen vorgeschlagen, die den damit behandelten Textilien erwünschte Eigenschaften verleihen oder die Bestandteile von Mitteln zur Textilpflege sind. Je nach Art der angewendeten Wirkstoffe können dabei die Verarbeitungseigenschaften, die Trageigenschaften der Textilien wie auch deren Pflege verbessert werden. Die US-A- 2,340,881 beschreibt beispielsweise Kondensationsprodukte, hergestellt aus einem Hydroxyalkylpolyamin und einem Fettsäureglycerid. Diese Kondensationsprodukte verbessern die Gleitfähigkeit und die Weichheit der damit behandelten Textilien. Nach der Lehre dieser Patentschrift werden die Kondensationsprodukte in Form ihrer wäßrigen Dispersionen angewendet. Die US-A-3,454,494 betrifft Fettsäurekondensationsprodukte mit einem Zusatz an dispergierend wirkenden Polyoxyalkylenverbindungen. Die DE-A- 19 22 046 beschreibt Waschmittel mit einem Gehalt an Fettsäurekondensationsprodukten, die von ihrer Herstellung her dispergierend wirkende Fettsäureteilglyceride enthalten; in der DE-A- 19 22 047 werden diese Fettsäurekondensationsprodukte auch als Textilweichmacher für insbesondere flüssige Wäschennachbehandlungsmittel beschrieben. Diese und ähnliche Textilbehandlungsmittel lassen sich in Wasser dispergieren, indem man das Wasser erhitzt und meist hohe Scherkräfte anwendet, oder indem man das von der Herstellung her noch geschmolzene Kondensationsprodukt in Wasser dispergiert. Wegen des erforderlichen Aufwandes nimmt daher meist der Hersteller die Dispergierung vor und liefert dem Anwender die Dispersionen, was mit dem Transport von beträchtlichen Mengen Wasser verbunden ist. Nach der Lehre der DE-A- 35 30 302 setzt man derartigen Wirkstoffen hydrophile Dispersionsbeschleuniger zur Verbesserung der Dispergierbarkeit zu. Die Wirkung der Dispersionsbeschleuniger ist besonders gut, wenn diese Stoffe nach der Lehre der DE-A-37 30 792.4 bereits während der Kondensationsreaktion im Reaktionsgemisch vorliegen. Aus der deutschen Patentanmeldung DE-A-36 01 856 sind Umsetzungsprodukte aus aliphatischen Monocarbonsäuren und Polyaminen bekannt, deren nicht umgesetzte Aminogruppen zur Verringerung der Verfärbungsneigung bei Hitzeeinwirkung mit einem bis zu 30-prozentigen Über- oder Unterschuß an nichtoxidierenden anorganischen Säuren neutralisiert sind. Es besteht aber nach wie vor ein Bedarf an Textilbehandlungsmitteln auf Basis von Fettsäurekondensationsprodukten mit verbesserter Dispergierbarkeit vor allem in kaltem Wasser, so daß der Anwender selbst die Dispergierung der Textilbehandlungsmittel leicht vornehmen kann.

Diese Aufgabe wurde gelöst durch ein Textilbehandlungsmittel, herstellbar durch Umsetzung von a) aliphatischen Monocarbonsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder deren Amide bildenden Derivaten mit b) ggf. hydroxylsubstituierten Polyaminen und anschließender Neutralisation nicht umgesetzter Aminogruppen, wobei das Textilbehandlungsmittel einen Zusatz an Dispersionsbeschleunigern, ausgewählt aus der Gruppe der Monosaccharide vom Typ der Aldosen und Ketosen und den hieraus durch Hydrierung abgeleiteten Polyhydroxyverbindungen, der Polyole, wie insbesondere Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Trimethylolpropan, der Alkylglycoside, der Sorbitanester, an die gewünschtenfalls Ethylenoxid angelagert ist, und der natürlichen und synthetischen hydrophilen Polymere enthält, dadurch gekennzeichnet, daß die nichtumgesetzten Aminogruppen zu 30 bis 60 Mol-% neutralisiert sind. Diese Teilneutralisation mit unterschüssigen Säuremengen bewirkt im Gegensatz zur vollständigen Neutralisation mit stöchiometrischen oder überschüssigen Säuremengen überraschenderweise eine verbesserte Dispergierbarkeit in kaltem Wasser und eine hellere Farbe des Umsetzungsproduktes.

Unter den Amide bildenden Derivaten von aliphatischen Monocarbonsäuren sind die sich von natürlichen oder synthetischen Fettsäuren oder Fettsäuregemischen ableitenden Ester mit niederen Alkanolen wie beispielsweise Methanol oder Ethanol, die Fettsäureglyceride und die Fettsäurehalogenide zu verstehen. Beispielsweise sind dies die von Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Kokosfettsäure, Talgfettsäure oder Rübölfettsäure abgeleiteten Derivate. Die hieraus durch Umsetzung mit Polyaminen herstellbaren Reaktionsprodukte werden im folgenden Fettsäurekondensationsprodukte, wozu im Fall der Umsetzung von Diethylentriamin mit 2 Mol Fettsäure oder Fettsäurederivaten auch Imidazoline zählen, genannt.

Geeignete Polyamine leiten sich vorzugsweise von gegebenenfalls hydroxylsubstituiertem Ethylendiamin oder Diethylentriamin, wie z. B. von Dihydroxyethylendiamin, Hydroxyethyl-diethylentriamin, Hydroxypropyl-diethylentriamin, und insbesondere Hydroxyethyl-ethylendiamin ab. Außerdem geeignet sind N,N-Dimethyl-1,3-diaminopropan, Triethylentetramin oder Tetraethylenpentamin.

Zur Neutralisation nicht umgesetzter Aminogruppen sind niedere Carbonsäuren, insbesondere niedermo-

lekulare organische, gegebenenfalls durch Hydroxylgruppen substituierte Mono- oder Polycarbonsäuren, wie beispielsweise Glykolsäure, Citronensäure, Milchsäure oder Essigsäure geeignet. Außerdem geeignet sind einbasische anorganische Säuren, wie z. B. Salzsäure oder Sulfonsäuren wie beispielsweise Methansulfonsäure oder p-Toluolsulfonsäure. In manchen Fällen kann es zweckmäßig sein, die Umsetzungsprodukte gemäß
 5 vorliegender Erfindung mit weiteren Textilbehandlungswirkstoffen, beispielsweise mit Textilweichmachern, zu kombinieren. Insbesondere kommen als Textilweichmacher die in großem Umfang verwendeten Dimethyl-di-(C₈- bis C₂₂-alkyl-/alkenyl-)ammoniumsalze wie Dimethyl-ditalgalkyl-ammoniumchlorid oder Dimethyl-distearyl-ammoniumchlorid oder -methosulfat infrage. Es ist dann in der Regel vorteilhaft, daß die Umsetzungsprodukte bei der teilweisen Neutralisation nichtumgesetzter Aminogruppen bereits im Gemisch mit den weiteren
 10 Textilbehandlungs-Wirkstoffen vorliegen.

Die als Dispersionsbeschleuniger verwendbaren Monosaccharide vom Typ der Aldosen und Ketosen bzw. deren Hydrierungsprodukte haben 4, 5 oder insbesondere 6 Kohlenstoffatome im Molekül. Beispiele sind Fructose, Sorbose und insbesondere Glucose, Sorbit und Mannit, die preiswert verfügbar und gut wirksam sind. Sehr gut geeignet sind Polyole, wie insbesondere Pentaerythrit, Dipentaerythrit und Trimethylolpropan.

15 Geeignete Alkylglycoside erhält man nach dem Fischer-Verfahren durch Umsetzen von Monosaccharid mit Fettalkohol in Gegenwart eines sauren Katalysators. Alkylglycoside, deren Alkylgruppe bis zu 16 C-Atomen enthält, sind seit langem als Tenside bekannt.

Als Sorbitanester sind Ester mit gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen, insbesondere Sorbitanoleat, geeignet. An die Sorbitanester können zusätzlich 2 bis 20 Mol Ethylenoxid angelagert sein.
 20

Als Dispersionsbeschleuniger ebenfalls geeignet sind natürliche oder synthetische hydrophile Polymere. Ein bevorzugtes natürliches Polymer dieser Klasse ist Gelatine. Besonders geeignet sind Gemische aus Gelatine und Monosacchariden oder deren Hydrierungsprodukten. Andere brauchbare natürliche hydrophile Polymere sind z. B. Guar, Dextrin, Gummi arabicum, Agar Agar, Casein. Von den synthetischen hydrophilen Polymeren sind vor allem Homo- oder Copolymerisate auf Basis von Polyvinylalkohol, Polyacrylsäure und Polyvinylpyrrolidon zu nennen. Den geeigneten Polymeren ist gemeinsam, daß sie in Wasser leicht löslich oder dispergierbar oder quellbar sind.
 25

Die zur Erzielung einer raschen Dispergierbarkeit in kurzer Zeit erforderlichen Zusätze an Dispersionsbeschleuniger liegen insbesondere im Bereich von 0,5 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Menge an Dispersionsbeschleuniger und Fettsäurekondensationsprodukt. Textilbehandlungsmittel, die als Dispersionsbeschleuniger Monosaccharide und/oder deren Hydrierungsprodukte, insbesondere Glucose, Sorbit, Mannit oder deren Gemische, vorzugsweise in Mengen von 2,5 bis 10 Gew.-%, enthalten, haben ebenso wie Textilbehandlungsmittel, die 5 bis 10 Gew.-% Gelatine enthalten, besonders gute Eigenschaften. Das gleiche gilt für solche Mittel, die als Dispersionsbeschleuniger Gemische aus Monosacchariden und/oder deren Hydrierungsprodukten mit
 30 Gelatine enthalten. Auch Mittel, die als Dispersionsbeschleuniger 1 bis 5 Gew.-% Pentaerythrit enthalten, haben besonders gute Eigenschaften.

In manchen Fällen ist die Gegenwart weiterer Dispergiermittel, beispielsweise Fettalkoholalkoxylate oder Oxoalkoholalkoxylate mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkoholkomponente und mit 2 bis 50 Mol Alkylenoxid, insbesondere Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, vorzugsweise Talgalkohol + 50 Mol Ethylenoxid oder
 40 Kokosalkohol + 5 Mol Ethylenoxid + 4 Mol Propylenoxid, Fettsäureteilglyceride und/oder mit Wasser mischbare Lösungsmittel wie beispielsweise Propylenglykol oder Glycerin nützlich. Die Menge an zusätzlichen Dispergiermitteln in den erfindungsgemäßen Textilbehandlungsmitteln kann 0,5 bis 70 Gew.-% des Textilbehandlungsmittels ausmachen.

Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der genannten Textilbehandlungsmittel. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man die nichtumgesetzten Aminogruppen zu 30 bis 60 Mol-% neutralisiert. Bei der Herstellung der an sich bekannten Fettsäurekondensationsprodukte werden beispielsweise die Fettsäure oder das Fettsäurederivat und das Polyamin in einem Molverhältnis von 1 : 1 bis 3 : 1 (Carbonsäure zu Polyamin) eingesetzt. Man erhitzt die Reaktionskomponenten gegebenenfalls in Gegenwart des Dispersionsbeschleunigers miteinander unter ständigem Vermischen bis
 50 praktisch alle Fettsäure bzw. das Fettsäurederivat umgesetzt ist. Dann neutralisiert man nicht umgesetzte Aminogruppen mit niedermolekularen organischen Carbonsäuren oder Hydroxycarbonsäuren oder einbasischen anorganischen Säuren, indem man unter Salzbildung beispielsweise die Schmelze des Fettsäurekondensationsproduktes mit der berechneten Menge Säure vermischt, oder man bildet das Aminsalt durch Auflösen oder Dispergieren des Umsetzungsproduktes in der organischen Säure oder einer Lösung der organischen Säure.
 55 Die zur Salzbildung verwendete Säure setzt man erfindungsgemäß in einer solchen Menge zu, wie zur 30 bis 60 Mol.-%igen Neutralisation erforderlich ist. Falls man den Dispersionsbeschleuniger nicht schon bei der Kondensationsreaktion zugesetzt hat, erfolgt der Zusatz nach der Neutralisation. Das Arbeiten unter Intergas-Atmosphäre und/oder der Zusatz eines Reduktionsmittels bei der Kondensationsreaktion führt zu besonders hell-

farbigen Produkten. Besonders bewährt hat sich als Reduktionsmittel unterphosphorige Säure. Die erfindungsgemäßen Textilbehandlungsmittel fallen beispielsweise als Pulver, Schuppen oder Pellets an und lassen sich leicht in Wasser, insbesondere auch in kaltem Wasser, zu stabilen Dispersionen verarbeiten. Hierzu genügt das Vermischen mit Wasser und anschließendes leichtes Umrühren. Die erhaltenen Dispersionen sind außerordentlich stabil und neigen nicht zur Entmischung. Man verwendet die Dispersionen der Textilbehandlungsmittel in vielfältiger Weise zur Behandlung von Fasern, Garnen oder Geweben. Die Behandlung von Fasern oder Garnen erfolgt nach textiltechnisch üblichen Methoden, wie Auszieh-, Tauchschleuder-, Foulard- oder Sprühverfahren.

Bei der Verwendung der erfindungsgemäßen Textilbehandlungsmittel in Waschmitteln bewirken diese eine verbesserte Reinigungswirkung und/oder eine Weichmachung der damit gewaschenen Wäsche. Die erfindungsgemäßen Textilbehandlungsmittel können schließlich auch als Bestandteile von Nachbehandlungsmitteln für gewaschene Textilien verwendet werden, wodurch die Textilien weich und antistatisch werden. Die Nachbehandlung der gewaschenen Textilien kann üblicherweise im letzten Spülbad aber auch während des Trocknens in einem automatischen Wäschetrockner erfolgen, wobei man entweder die Wäsche während des Trocknens mit einer Dispersion des Mittels besprüht oder indem man das Mittel, aufgetragen auf ein Substrat, beispielsweise ein flexibles, textiles Flachengebilde, anwendet. Je nach der Art der Textilbehandlung können die erfindungsgemäßen Erzeugnisse unterschiedlich zusammengesetzt sein, d. h. die Fettsäurekondensationsprodukte können einen mehr oder weniger großen Fettsäureanteil, bzw. einen Fettsäureanteil mit unterschiedlich langen Fettsäureresten enthalten. Für die Behandlung von Fasern und Garnen sowie für die Nachbehandlung von gewaschenen Textilien haben sich besonders diejenigen erfindungsgemäßen Erzeugnisse bewährt, die einen Anteil von 0,5 bis 1 Fettsäurerest, der vorzugsweise gestättigt ist, mit im wesentlichen 16 bis 22 Kohlenstoffatomen auf eine funktionale Gruppe des Polyamins, also Amino- oder Hydroxylgruppe, aufweisen. Die erfindungsgemäßen Nachbehandlungsmittel eignen sich auch ausgezeichnet zur Herstellung von wäßrigen Textilweichmacher-Konzentraten, die statt der üblichen Wirkstoffkonzentration von ca. 5 Gew.-% eine Wirkstoffkonzentration von 10 bis 50 Gew.-% aufweisen. Für die Verwendung in Waschmitteln werden vorzugsweise solche Erzeugnisse ausgewählt, die Kondensationsprodukte aus kürzeren Fettsäureestern, d. h. mit im wesentlichen 12 bis 16 Kohlenstoffatomen und einem Anteil von 0,3 bis 1, vorzugsweise 0,3 bis 0,5 Fettsäurereste pro funktionale Gruppe des Hydroxyalkylpolyamins aufweisen.

Beispiele

Beispiel 1

Ein an sich bekanntes zur Textilveredelung geeignetes Fettsäurekondensationsprodukt wurde hergestellt, indem man 1215 g (4,5 Mol) technische Stearinsäure und 312 g (3 Mol) Aminoethylethanolamin in einem Dreihalskolben, versehen mit Rührer, Thermometer, Gaseinleitungsrohr und Destillationsaufsatz innerhalb von 2,5 Stunden unter Stickstoffeinleitung auf 200 °C erhitzte und dabei Wasser abspaltete. Die Reaktion wurde fortgeführt, bis die Säurezahl, bestimmt nach DGF-Methode C-V 2, auf einen Wert von 2,0 abgesunken war. Der Gehalt an noch vorhandenem Aminstickstoff, bestimmt durch Titration mit Perchlorsäure in essigsaurem Medium, betrug 1,65 %. Nach Abkühlung auf 90 °C wurde die Schmelze auf einer Schuppenwalze in hellgelbe, nichtklebende Schuppen mit einem Schmelzbereich von 64 - 67 °C überführt.

1 a)

250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C zunächst mit 6,2 g (0,102 Mol) Essigsäure und danach mit 10,7 g Sorbit versetzt. Die klare Schmelze wurde anschließend auf einer Schuppenwalze in hellgelbe, spröde Schuppen überführt.

1 b)

250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C zunächst mit 11,1 g (0,102 Mol) Glykolsäure, 70 %, und danach mit 10,9 g Sorbit versetzt. Die klare Schmelze wurde wiederum in die Schuppenform überführt.

1 c)

250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C zunächst mit 11,3 g (0,1 Mol) Milchsäure, 80 %, und danach mit 10,9 g Sorbit versetzt. Die klare

Schmelze wurde wiederum in die Schuppenform überführt.

1 d)

- 5 250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C zunächst mit 10,1 g (0,102 Mol) Salzsäure, 37 % und danach mit 10,8 g Sorbit versetzt. Die klare Schmelze wurde wiederum in die Schuppenform überführt.

Beispiel 2 (Vergleichsbeispiel)

10

Ein Produkt gemäß Beispiel 1 wurde hergestellt und wie folgt weiterbehandelt:

Je 250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C mit den unten genannten Säuren sowie jeweils 10,8 g Sorbit versetzt und anschließend in die Schuppenform überführt.

- 15 2 a) 17,8 g (0,293 Mol) Essigsäure
2 b) 31,9 g (0,293 Mol) Glykolsäure, 70 %
2 c) 32,5 g (0,293 Mol) Milchsäure, 80 %
2 d) 29,0 g (0,293 Mol) Salzsäure, 37 %

Beispiel 3 (Vergleichsbeispiel)

20

250,0 g (0,293 Äquivalente Aminstickstoff) eines Kondensationsproduktes gemäß Beispiel 1 wurden geschmolzen und bei 90 - 100 °C lediglich mit 11,1 g (0,102 Mol) Glykolsäure, 70 % versetzt und anschließend in die Schuppenform überführt.

25

Beispiel 4

- Wie in Beispiel 1 beschrieben wurden 351 g (1,3 Mol) technische Stearinsäure und 104 g (1 Mol) Aminoethylethanolamin umgesetzt. Nach Erreichen einer Säurezahl von 2,5 wurde die Reaktion beendet. Der Gehalt an noch vorhandenem Aminstickstoff betrug 2,31 %. 250 g (0,413 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden bei 90 - 100 °C mit 16,2 g (0,144 Mol) Milchsäure, 80 % und danach mit 11,1 g Sorbit versetzt. Die klare Schmelze wurde in die Schuppenform überführt.
- 30

Beispiel 5

35

Wie in Beispiel 1 beschrieben wurden 459 g (1,7 Mol) technische Stearinsäure und 104 g (1 Mol) Aminoethylethanolamin zur Umsetzung gebracht. Nach Erreichen einer Säurezahl von 4 wurde die Reaktion beendet. Der Gehalt an noch vorhandenem Aminstickstoff betrug 1,17 %. 250 g (0,209 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes wurden bei 90 - 100 °C mit 11,8 g (0,105 Mol) Milchsäure, 80 % und danach mit 10,9 Sorbit versetzt. Die klare Schmelze wurde in die Schuppenform überführt.

40

Beispiel 6

- 175 g (0,205 Äquivalente Aminstickstoff) des Kondensationsproduktes gemäß Beispiel 1 wurden bei 90 - 100 °C mit 8,1 g (0,072 Mol) Milchsäure, 80 %, mit 7,6 g Sorbit und danach mit 81,7 Distearyltrimethylammoniumchlorid versetzt. Nachdem eine klare Schmelze entstanden war, wurde in die Schuppenform überführt.
- 45

Beispiel 7

- In einem Dreihalskolben, ausgerüstet mit einem Rührer, einem Thermometer, einem Rückflußkühler und einem Einleitungsrohr für Inert-gas, wurden 255,6 g (0,3 Mol) gehärteter Rindertalg mit einer Verseifungszahl von 197,5 geschmolzen und bei 85 °C mit 31,2 g (0,3 Mol) Aminoethylethanolamin und 16,0 g Sorbit versetzt. Die Mischung wurde unter Stickstoffeinleitung solange bei 105 °C gerührt, bis der Aminstickstoffgehalt 1,0 % betrug. Der Kolbeninhalt wurde nun durch Zugabe von 12,1 g Milchsäure, 80 % (0,11 Mol) zu ungefähr 50 Mol-% neutralisiert. Die bei 85 °C klare Schmelze wurde in die Schuppenform überführt.
- 50
- 55

Beispiel 8 (Vergleichsbeispiel)

Das Beispiel 7 wurde wiederholt. Zum Schluß wurde aber mit 24,2 g (0,22 Mol) Milchsäure, 80 %, zu ungefähr 100 Mol-% neutralisiert.

Beispiel 9

In einem Dreihalskolben, ausgerüstet mit einem Rührer, einem Thermometer, einem Destillationsaufsatz und einem Einleitungsrohr für Inertgas, wurden 830,7 g (0,98 Mol) gehärteter Rindertalg mit einer Verseifungszahl von 197,5 geschmolzen und bei 80 °C mit 533,0 g eines handelsüblichen Distearylmethylammoniumchlorids, das ca. 14 % Isopropanol und 11 % Wasser enthielt, 72,8 g Sorbit sowie 101,4 g (0,98 Mol) Aminoethylethanolamin versetzt. Unter Stickstoffeinleitung wurde die Temperatur auf 100 °C erhöht und langsam entsprechend der Destillatbildung bis zu einem Druck von 20 mbar evakuiert. Nach Erreichen eines Aminstickstoffgehalts von 0,83 % wurde die Reaktion beendet und die klare Schmelze in die Schuppenform überführt.

Beispiel 10

300 g des erhaltenen Produktes wurden geschmolzen und mit 10,0 g (0,090 Mol) Milchsäure, 90 %, zu 50 Mol-% neutralisiert und anschließend in die Schuppenform überführt.

Beispiel 11

In einer Apparatur gemäß Beispiel 9 wurden 1100 g (4 Mol) technische Stearinsäure geschmolzen und bei 90 °C mit 206 g (2 Mol) Diethylentriamin versetzt. Unter Stickstoffeinleitung wurde die Temperatur innerhalb von 2 Stunden auf 210 °C erhöht und 1 Stunde nachgerührt. Dabei wurden 85 g Destillat gebildet. Nun wurde auf 25 mbar evakuiert und weitere 1,5 Stunden bei 210 °C gerührt. Nach Abkühlung auf 90 °C wurde das Produkt in die Schuppenform überführt. Die UV-spektroskopische Analyse ergab einen Imidazolingehalt von 98,5 %.

250 g (0,38 Mol) des erhaltenen Produktes wurden geschmolzen, mit 6,9 g (0,115 Mol) Eisessig und 10,7 g Sorbit versetzt und bei 95 - 100 °C solange gerührt, bis eine klare Schmelze entstanden war, die anschließend in die Schuppenform überführt wurde.

Beispiel 12

Prüfung der Dispergierbarkeit

5 g der Produkte der Beispiele 1 bis 11 wurden in einer 125 ml-Weithalsflasche mit 95 g Leitungswasser (16 °dH, 12 °C) bzw. vollentsalztem Wasser (18 °C) übergossen und 15 Minuten ruhig stehen gelassen. Danach wurde das Quellverhalten beurteilt. Anschließend wurde 2 Minuten mit einem Magnetrührer gerührt und der Dispersitätsgrad visuell begutachtet. Weitere Beurteilungen wurden nach 1 und 24 Stunden vorgenommen. Der Dispersitätsgrad wurde wie folgt beurteilt und in Zahlenwerte umgesetzt:

Benotungsmerkmale

- Quellung:
- 1 = homogen, einphasig
 - 2 = homogendisperse obere Phase
 - 3 = gequollene Schuppenstruktur noch deutlich zu erkennen
 - 4 = schwach benetzte Schuppen als Bodensatz
 - 5 = Schuppen schwimmen unverändert an der Oberfläche
- Nach Rühren:
- 1 = homogen, feinteilig, schwache Transluzenz
 - 2 = homogen, feinteilig, keine Transluzenz
 - 3 = homogen mit groben Partikeln
 - 4 = Dispersion mit gelartigen Partikeln
 - 5 = wenig veränderte Schuppen

Die Ergebnisse können der folgenden Tabelle 1 entnommen werden.

Tabelle 1

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Produkt	Bewertung des Dispersitätsgrades							
	Quellung		nach Rühren		nach 1 Std.		nach 24 Std.	
	LW	ve	LW	ve	LW	ve	LW	ve
Beispiel 1a	2	2	2	2	1/2	1	1	1
Beispiel 1b	2	2	2/3	2	2	1	1	1
Beispiel 1c	2	2	1/2	1/2	1	1	1	1
Beispiel 1d	3	3	3	3	2/3	2	2	1
Beispiel 2a	3	3/4	3	3	2	2	2	1/2
Beispiel 2b	4	3/4	3/4	3/4	3	3	2/3	2
Beispiel 2c	3	3	2/3	3	2	2/3	1	1
Beispiel 2d	5	4/5	3/5	3/5	3/5	3/5	3	3
Beispiel 3	4/5	5	3/5	3/5	3/4	3/4	3/4	3/4
Beispiel 4	2/3	2/3	2/3	2/3	2	2	1/2	1/2
Beispiel 5	3	2/3	2/3	2/3	2	1/2	1	1
Beispiel 6	2	2	2	2	1	1	1	1
Beispiel 7	2/3	3	3	2/3	2/3	2	2	1/2
Beispiel 8	3/4	4	4	3/4	4	3/4	3	2/3
Beispiel 9	2	1/2	3	2/3	2/3	2	2	1
Beispiel 10	3/4	3	3/4	3	3	3	2/3	2/3
Beispiel 11	2/3	2/3	2	2	1	1	1	1

LW = Leitungswasser

ve = vollentsalztes Wasser

55

Beispiel 13

Prüfung der Weichmachung

- 5 Gehärtetes Frottiergewebe (ca. 60 g / Probe) wurde in einem Wackergefäß auf einer Rollenbank mit einer Flotte behandelt, die Produkte der Tabelle 2 in Form 5 %iger Dispersionen enthielt. Bei allen Prüfungen wurden die gleichen Standardbedingungen gewählt:

Wasserhärte: ca. 16 °dH

Flottenverhältnis: 1 : 10

- 10 Einsatzmenge: 0,15 % Wirkstoff bezogen auf Gewebe

Temperatur: 15 °C

Behandlungszeit: 5 Minuten

- 15 Nach der Behandlung wurden die Gewebeproben in einer Haushaltsschleuder entwässert und an der Luft getrocknet. Anschließend wurde die Weichmachung von 6 Personen unabhängig voneinander beurteilt. Als Wertmaßstab gelten Griffnoten von 1 = hart, rauh bis 4 = weich, angenehm. Die in der Tabelle 2 aufgeführten Zahlen stellen jeweils die Mittelwerte der von den sechs einzelnen Personen gefundenen Griffnoten dar.

Tabelle 2

20

25

30

Produkt	Griffnote
Beispiel 1 a	3,5
Beispiel 2 a	3,5
Beispiel 3 *	3,5
Beispiel 6	4,0
Beispiel 9	4,0
Beispiel 10 *	4,0

35

* Dispergierung erfolgte bei 70 °C.

Der Tabelle 1 ist zu entnehmen, daß die Dispergierbarkeit der erfindungsgemäßen Produkte besser ist als die der nichterfindungsgemäßen Produkte der Vergleichsbeispiele 2, 3, 8 und 10.

- 40 Aus Tabelle 2 ist ersichtlich, daß die Verbesserung der Kaltwasser-Dispergierbarkeit nicht mit einem Verlust an weichmachender Wirkung verbunden ist.

Patentansprüche

- 45 1. Textilbehandlungsmittel herstellbar durch Umsetzung von a) aliphatischen Monocarbonsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder deren Amide bildenden Derivaten mit b) ggf. hydroxylsubstituierten Polyaminen und anschließender Neutralisation nichtumgesetzter Aminogruppen, wobei das Textilbehandlungsmittel einen Zusatz an Dispersionsbeschleunigern, ausgewählt aus der Gruppe der Monosaccharide vom Typ der Aldosen und Ketosen und den hieraus durch Hydrierung abgeleiteten Polyhydroxyverbindungen,
- 50 der Polyole wie insbesondere Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Trimethylolpropan, der Alkylglucoside, der Sorbitanester, an die gewünschtenfalls Ethylenoxid angelagert ist, und der natürlichen und synthetischen hydrophilen Polymere enthält, dadurch gekennzeichnet, daß die nichtumgesetzten Aminogruppen zu 30 bis 60 Mol-% neutralisiert sind.
- 55 2. Textilbehandlungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzungsprodukte bei der teilweisen Neutralisation nichtumgesetzter Aminogruppen im Gemisch mit weiteren Textilbehandlungs-Wirkstoffen, insbesondere Textilweichmachern vom Typ Dimethyl-di-(C₈-C₂₂-alkyl-/alkenyl-)ammoniumsalz vorliegen.

3. Verfahren zur Herstellung eines Textilbehandlungsmittels nach einem der Ansprüche 1 oder 2, durch Umsetzung von a) aliphatischen Monocarbonsäuren mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen oder deren Amide bildenden Derivaten mit b) ggf. hydroxylsubstituierten Polyaminen und anschließender Neutralisation nicht-umgesetzter Aminogruppen, wobei man dem Textilbehandlungsmittel Dispersionsbeschleuniger, ausgewählt aus der Gruppe der Monosaccharide vom Typ der Aldosen und Ketosen und den hieraus durch Hydrierung abgeleiteten Polyhydroxyverbindungen, der Polyole wie insbesondere Pentaerythrit oder Trimethylolpropan, der Alkylglucoside, der Sorbitanester, an die gewünschtenfalls Ethylenoxid angelagert ist, und der natürlichen und synthetischen Polymere zusetzt, dadurch gekennzeichnet, daß man die nicht-umgesetzten Aminogruppen zu 30 bis 60 Mol.% neutralisiert.
4. Verwendung von Textilbehandlungsmitteln nach einem der Ansprüche 1 oder 2 zur Veredelung von Fasern, Garnen oder Geweben.
5. Verwendung von Textilbehandlungsmitteln nach einem der Ansprüche 1 oder 2 beim Waschen von Textilien.
6. Verwendung von Textilbehandlungsmitteln nach einem der Ansprüche 1 oder 2 zur Nachbehandlung gewaschener Wäsche.

Claims

1. Textile treatment preparations obtainable by reaction of a) aliphatic C₈₋₂₂ monocarboxylic acids or amide-forming derivatives thereof with b) optionally hydroxyl-substituted polyamines and subsequent neutralization of unreacted amino groups, the textile treatment preparation containing an addition of dispersion accelerators selected from the group of monosaccharides of the aldose and ketose type and the polyhydroxyl compounds derived therefrom by hydrogenation, polyols, such as in particular pentaerythritol, -dipentaerythritol, trimethylol propane, alkyl glycosides, sorbitan esters, onto which ethylene oxide is optionally added, and natural and synthetic hydrophilic polymers, characterized in that 30 to 60 mol-% of the unreacted amino groups are neutralized.
2. Textile treatment preparations as claimed in claim 1, characterized in that the reaction products are present in admixture with other textile treatment agents, particularly fabric softeners of the dimethyl di-(C₈₋₂₂-alkyl/alkenyl)ammonium salt type, during the partial neutralization of unreacted amino groups.
3. A process for the production of the textile treatment preparations claimed in claim 1 or 2 by reaction of a) aliphatic C₈₋₂₂ monocarboxylic acids or amide-forming derivatives thereof with b) optionally hydroxyl-substituted polyamines and subsequent neutralization of unreacted amino groups, dispersion accelerators selected from the group of monosaccharides of the aldose and ketose type and the polyhydroxy compounds derived therefrom by hydrogenation, polyols, such as in particular pentaerythritol, dipentaerythritol, trimethylol propane, alkyl glycosides, sorbitan esters, onto which ethylene oxide is optionally added, and natural and synthetic hydrophilic polymers being added to the textile treatment preparation, characterized in that 30 to 60 mol-% of the unreacted amino groups are neutralized.
4. The use of the textile treatment preparations claimed in claim 1 or 2 for the processing of fibres, yarns or fabrics.
5. The use of the textile treatment preparations claimed in claim 1 or 2 in the washing of textiles.
6. The use of the textile treatment preparations claimed in claim 1 or 2 for the aftertreatment of washed laundry.

Revendications

1. Agent pour le traitement des textiles, obtenable par mise en réaction a) d'acides monocarboxyliques aliphatiques comportant 8 à 22 atomes de carbone ou de leurs dérivés formant des amides avec b) des polyamines le cas échéant à substitution hydroxyle, suivie de neutralisation des groupes amino non entrés en réaction, l'agent pour le traitement des textiles étant additionné d'accélérateurs de dispersion, sélectionnés à partir du groupe des monosaccharides de type aldose et kétose et des composés polyhydroxylés dérivés de ceux-ci par hydrogénation, des polyols, tels que notamment le pentaérythritol, le dipentaérythritol, le triméthylolpropane, les glycosides alkylés, les esters de sorbitane, auxquels est éventuellement ajouté de l'oxyde d'éthylène, et de polymères hydrophiles naturels et synthétiques, caractérisé en ce que 30 à 60 mol-% des groupes amino non entrés en réaction sont neutralisés.

- tionnés parmi le groupe des monosaccharides du type des aldoses et des céto-
 lyhydroxyliques dérivés de celles-ci par hydrogénation, des polyols, tels en particulier la pentaérythrite,
 la dipentaérythrite, le tryméthylolpropane, des alkylglucosides et des esters de sorbitane, auxquels de
 l'oxyde d'éthylène est éventuellement fixé par addition, et des polymères hydrophiles naturels et syn-
 5 thétiques, caractérisé en ce que les groupes amino non entrés en réaction sont neutralisés à raison de 30
 à 60 moles %.
2. Agent pour le traitement des textiles selon la revendication 1, caractérisé en ce que les produits de réac-
 tion sont présents lors de la neutralisation partielle des groupes amino non entrés en réaction, en mélange
 10 avec les autres substances actives pour le traitement des textiles, en particulier les assouplissants pour
 les textiles du type du sel de diméthyl-di-(alkyl /alcényl en C₈ à C₂₂)-ammonium.
3. Procédé de fabrication d'un agent pour le traitement des textiles selon l'une des revendications 1 ou 2,
 par mise en réaction a) d'acides monocarboxyliques aliphatiques comportant 8 à 22 atomes de carbone
 15 ou de leurs dérivés formant des amides avec b) des polyamines le cas échéant à substitution hydroxyle,
 suivie de neutralisation des groupes amino non entrés en réaction, l'agent pour le traitement des textiles
 étant additionné d'accélérateurs de dispersion, sélectionnés parmi le groupe des monosaccharides du
 type des aldoses et des céto-
 lyhydroxyliques dérivés de celles-ci par hydrogéné-
 20 tion, des polyols, tels en particulier la pentaérythrite ou le tryméthylolpropane, des alkylglucosides et des
 esters de sorbitane, auxquels de l'oxyde d'éthylène est éventuellement fixe par addition, et des polymères
 hydrophiles naturels et synthétiques, caractérisé en ce que l'on neutralise les groupes amino non entrés
 en réaction à raison de 30 à 60 moles %.
4. Utilisation des agents pour le traitement des textiles selon l'une des revendications 1 ou 2 pour l'ennob-
 25 blissement des fibres, fils ou tissus.
5. Utilisation des agents pour le traitement des textiles selon l'une des revendications 1 ou 2 pour le lavage
 des textiles.
6. Utilisation des agents pour le traitement des textiles selon l'une des revendications 1 ou 2 pour le pos-
 30 traitement du linge lavé.