

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 691 396 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
10.01.1996 Patentblatt 1996/02

(51) Int. Cl.⁶: **C11D 3/00**, C11D 1/835,
C11D 3/20

(21) Anmeldenummer: **95108332.8**

(22) Anmeldetag: **31.05.1995**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT NL SE

(30) Priorität: **09.06.1994 DE 4420188**

(71) Anmelder: **HOECHST AKTIENGESellschaft**
D-65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:
• **Weinelt, Frank, Dr.**
D-84508 Burgkirchen (DE)
• **Scholz, Hans-Jürgen, Dr.**
D-63755 Alzenau (DE)
• **Schreiber, Manfred**
D-65929 Frankfurt (DE)

(54) **Wäscheweichspülmittelkonzentrate**

(57) Gegenstand der Erfindung sind Wäscheweichspülmittelkonzentrate bestehend aus

- a) 5 - 40 Gew.-% eines kationischen Weichmachers,
- b) 0,1 - 25 Gew.-% eines Esters einer C₁-C₂₂-Carbonsäure mit einem zwei-, drei- oder vierwertigen Alkohol mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen,
- c) 0 - 10 Gew.-% eines nichtionischen Dispergiermittels,
- d) 0 - 20 Gew.-% eines Polyglykols,
- e) Wasser und gegebenenfalls weitere übliche Hilfsstoffe entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%,

ferner deren Verwendung zur Herstellung von Wäscheweichspülmittelmulsionen sowie Wäscheweichspülmittelmulsionen, enthaltend das Wäscheweichspülmittelkonzentrat.

EP 0 691 396 A2

Beschreibung

Gewaschene Textilien, besonders solche aus Naturfasern, weisen nach dem Trocknen eine unangenehme Verhärtung auf. Außerdem ist bei Kunstfasern die elektrostatische Aufladung während des Tragens eine unangenehme Eigenschaft.

Derartige negative Eigenschaften der Maschinenwäsche können durch eine Nachbehandlung des Waschgutes im letzten Spülgang mit sogenannten Wäscheweichspülmitteln weitgehend beseitigt werden. Auch die Lebensdauer eines Wäschestücks wird nachweislich verlängert. Weiterhin wird durch den Einsatz von Wäscheweichspülmitteln die Restfeuchte nach dem Schleudern reduziert und dadurch die Trockenzeit verkürzt. An ein gutes Konzentrat von Wäscheweichspülmitteln werden folgende Anforderungen gestellt:

Gute Kaltwasserdispersierbarkeit, kein Nachdicken der Formulierung bei Lagern, keine Trennungerscheinung der Formulierung und keine Bildung von Bodensatz.

DE-A-29 23 141 offenbart Wäscheweichspülmittel, enthaltend quaternäre Ammoniumverbindungen als kationische Weichmacher. Bei den dort beschriebenen Wäscheweichspülmitteln werden die vorstehend genannten Anforderungen dadurch erfüllt, daß man die als Wäscheweichspülmittel dienenden quaternären Ammoniumverbindungen mit einem Fettsäurealkylolamidoethoxylat kombiniert.

DE-A-30 25 369 nennt Wäscheweichspülmittelkonzentrate, enthaltend quaternäre Ammoniumverbindungen als kationische Weichmacher. Die Herstellung der dort beschriebenen Wäscheweichspülmittelkonzentrate wird durch den Zusatz von Fettsäurealkylolamidoalkylaten sowie nichtionischen Dispergatoren oder Emulgatoren auf der Basis von Oxalkylaten, die mit dazu beitragen, daß das Konzentrat in kaltem Wasser gut dispergierbar ist, erreicht.

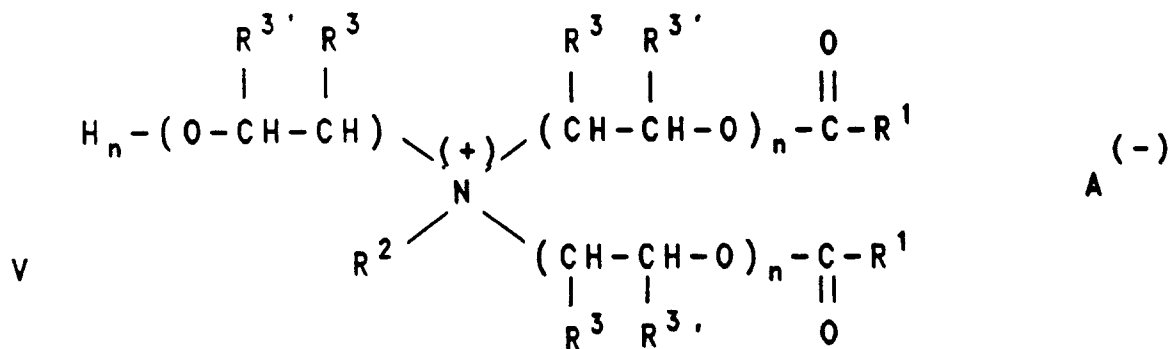
DE-A-32 04 165 beschreibt konzentrierte Wäscheweichspülmittel auf Basis von für Wäscheweichspülmittel üblichen quaternären Ammoniumverbindungen. Die an ein Konzentrat von Wäscheweichspülmitteln gestellten Anforderungen werden dadurch erfüllt, daß man die quaternären Ammoniumverbindungen mit einer gewissen Menge eines Fettaminpolyglykolethers kombiniert.

Es wurde nun gefunden, daß durch Kombination von kationischen Weichmachern mit Estern von gesättigten und/oder ungesättigten C_1 - C_{21} -Carbonsäuren mit zwei- bis vierwertigen Alkoholen hochkonzentrierte, dünnflüssige Wäscheweichspülmittel hergestellt werden können, die sämtliche an ein gutes Konzentrat gestellte Anforderungen erfüllen.

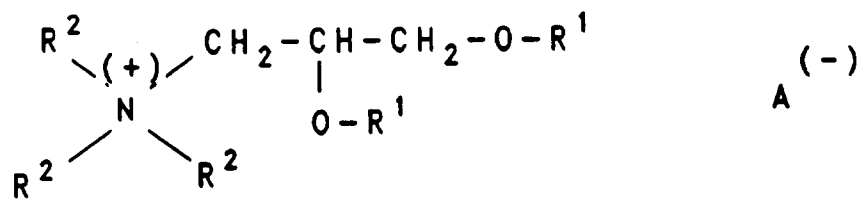
Gegenstand der Erfindung sind somit Wäscheweichspülmittelkonzentrate bestehend aus

- a) 5 - 40 Gew.-%, vorzugsweise 10 - 25 Gew.-%, eines kationischen Weichmachers,
- b) 0,1 - 25 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 - 15 Gew.-%, eines Esters einer C_1 - C_{22} -Carbonsäure mit einem zwei-, drei- oder vierwertigen Alkohol mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen, sowie gegebenenfalls
- c) 0 - 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 - 5 Gew.-%, eines nichtionischen Dispergiermittels,
- d) 0 - 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 - 10 Gew.-%, eines Polyglykols,
- e) Wasser und gegebenenfalls weitere übliche Hilfsstoffe entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%.

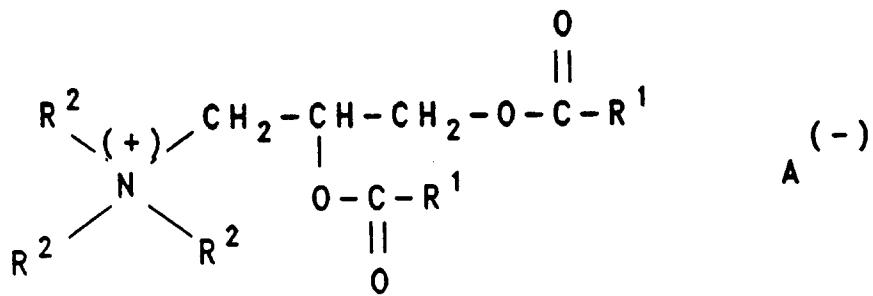
Als kationische weichmachende Bestandteile der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate kommen die für diese Verwendung bekannten, lipophile Reste enthaltenden quaternären Ammoniumverbindungen in Betracht,



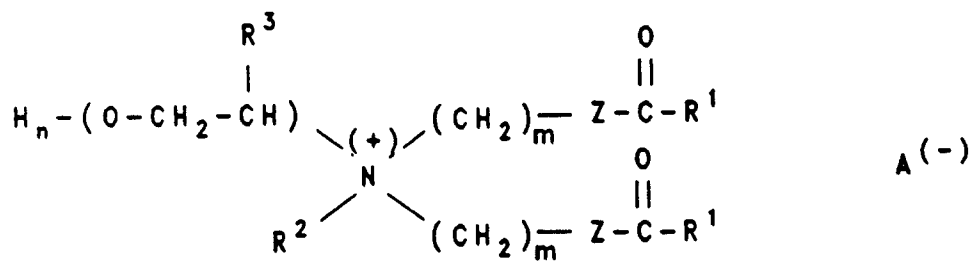
V I



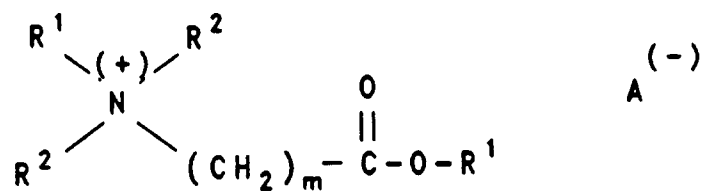
V I I

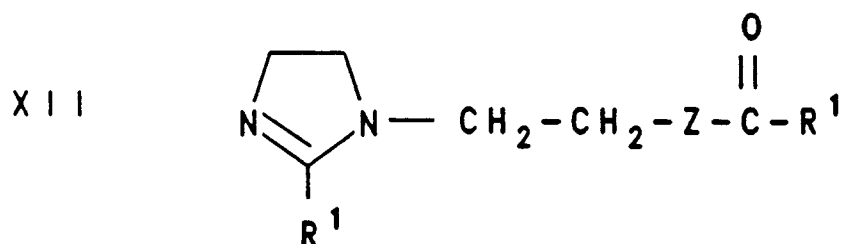
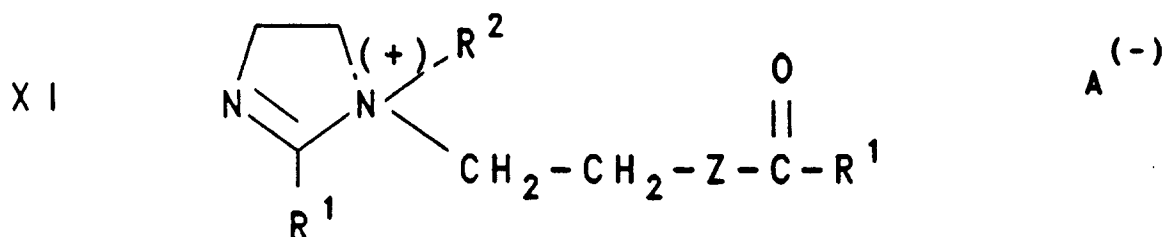
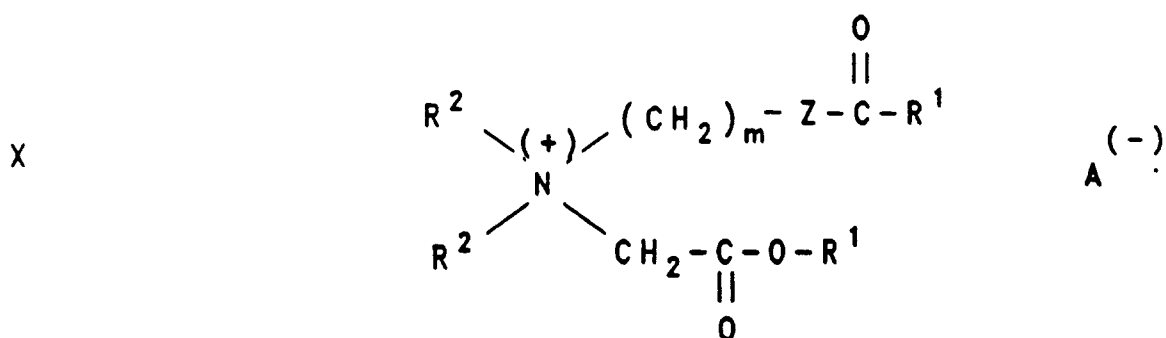


V I I I



I X





40 In diesen Formeln bedeuten:

- | | | |
|----|----------------------------------|---|
| | R ¹ | Alkyl- oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere Alkyl- oder Alkenylreste mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen. Hierzu zählen insbesondere C-Kettenverbindungen, wie sie in Cocosfettsäurealkyl, Talgfettsäurealkyl, Ölsäurealkyl und Spermlöfettsäurealkyl vorkommen. |
| 45 | R ² | Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Methyl, |
| | R ³ , R ^{3'} | Wasserstoff oder Methyl, wobei an benachbarten Kohlenstoffatomen befindliche Reste R ³ und R ^{3'} nicht gleichzeitig Methyl sind, |
| | n | eine ganze Zahl von 1 bis 5, vorzugsweise 1, |
| | m | die Zahl 2 oder 3, vorzugsweise 2, |
| 50 | z | NH oder O, |
| | A [⊖] | ein Anion, vorzugsweise Chlorid, Bromid, Methosulfat-, Ethosulfat-, Methophosphat- oder Ethophosphation. |

55 Bevorzugt werden die Verbindungen der Formel IV, worin R¹ C₆-C₂₂-Alkyl, besonders bevorzugt C₈-C₁₈-Alkyl, R² C₁-C₄-Alkyl, besonders bevorzugt Methyl, R³ und R^{3'} Wasserstoff und n gleich 1 bedeuten, die Verbindungen der Formel VII, worin R¹ C₈-C₁₈-Alkyl und R² Methyl bedeuten, sowie die Verbindungen der Formel VIII, worin R¹ C₈-C₁₈-Alkyl, R² Methyl, R³ Wasserstoff, Z Sauerstoff, m gleich 2 und n gleich 1 bedeuten.

Die Verbindungen der Formel XII werden üblicherweise mit einer äquimolaren Menge einer Säure, beispielsweise Essigsäure, Phosphorsäure oder Salzsäure, eingesetzt.

Als weiterer wesentlicher Bestandteile werden Ester von C₁-C₂₂-Carbonsäuren mit zwei- bis vierwertigen Alkoholen eingesetzt.

10

Laurylsäure, Myristylsäure, Cocosfettsäure, Palmstearinfettsäure, Talgfettsäure, Erukafettsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure sowie Mischungen derselben.

Als zweiwertige Alkohole dienen Glykole, bevorzugt Ethylenglykol, Propylenglykol, Polyethylenglykol und Polypropylenglykol. Bevorzugter dreiwertiger Alkohol ist Glycerol, bevorzugter vierwertiger Alkohol Pentaerythrit. Ganz besonders

15



55

R⁵ Wasserstoff oder die Gruppe C(O)-R⁴

und

n eine Zahl von 1 bis 5, vorzugsweise 1.

5 Besonders bevorzugt sind Mischungen aus Verbindungen der Formeln XIII und XV, worin R³ und R^{3'} Wasserstoff und n 2 oder 3 bedeuten, so wie sie üblicherweise bei der Umesterung von Triglyceriden mit Ethylenglykolen anfallen.

Es hat sich gezeigt, daß die Ester entsprechend der Komponente b) als Dispergatoren wirken und darüber hinaus, im Unterschied zu üblichen Emulgatoren, wirksame Weichmacher darstellen und somit geeignet sind, die quarternären Ammoniumverbindungen in ihrer weichmachenden Wirkung zu unterstützen. Des weiteren ist insbesondere die erfindungsgemäße Kombination von Ester entsprechend der Komponente b) mit kationischen Weichmachern entsprechend der Komponente a) besonders zur Herstellung von Wäscheweichspülmitteln mit hohem Feststoffgehalt geeignet.

10 Ein weiterer Bestandteil können übliche nichtionische Dispergatoren auf der Basis von Oxalkylaten, die mit dazu beitragen, daß das Weichspülmittel in kaltem Wasser gut dispergierbar ist. Geeignete nichtionische Dispergatoren sind Umsetzungsprodukte von jeweils etwa 2 - 12 Mol Ethylenoxid mit einem Alkylphenol, z.B. Xylenol, aber auch mit einem Alkylphenol mit einem langen Alkylrest von 8 bis 10 C-Atomen oder mit einem Fettalkohol oder Fettamin mit 6 bis 22 C-Atomen, bevorzugt 8 bis 18 C-Atomen. Insbesondere zählen hierzu Umsetzungsprodukte von etwa 5 bis 8 Mol Ethylenoxid mit 1 Mol Alkylphenol oder 1 Mol Fettalkohol oder Fettamin oder eines Gemisches solcher Fettalkohole und/oder Fettamine. Die Menge dieser nichtionischen Dispergiermittel beträgt 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Konzentrates.

20 Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate enthalten gegebenenfalls 0 bis 20, vorzugsweise 0,5 bis 10 Gew.-% eines Polyglykols, bevorzugt werden Polyethylenglykole mit einem M_w von 400 bis 1000 (Gewichtsmittel) und/oder Polypropylenglykols sowie die C₁-C₄-Alkylether dieser Verbindungen. Diese Verbindungen zeigen eine lösungsvermittelnde Wirkung und sind daher insbesondere als Zusatzstoff zur Herstellung von transparenten Wäscheweichspülmittelkonzentraten geeignet.

25 Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen konzentrierten Wäscheweichspülmittel noch weitere übliche Substanzen und Hilfsmittel enthalten, die entweder schon im Konzentrat zugemischt oder dem gebrauchsfertigen, verdünnten Wäscheweichspülmittel gesondert zugesetzt werden. Hierbei handelt es sich um kationische oder nichtionische oberflächenaktive Substanzen, Elektrolyte, Absäuerungsmittel, organische Komplexbildner, optische Aufhellungsmittel, Lösungsvermittler sowie Farb- und Duftstoffe. Sie dienen zur zusätzlichen Beeinflussung des Warengriiffs oder sonstigen Eigenschaften der zu behandelnden Textilien oder zur Viskositätseinstellung, zur pH-Wert-Regulierung oder zu Erhöhung der Kältestabilität.

Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate haben einen Feststoffgehalt von mindestens 25 Gew.-%, vorzugsweise 25 bis 75 Gew.-%, besonders bevorzugt 25 bis 60 Gew.-%.

35 Die erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate verleihen beliebigen Textilmaterialien, besonders solchen aus natürlicher oder regenerierter Cellulose, Wolle, Cellulose regenerat, Cellulose triacetat, Polyamid, Polyacrylnitril, Polyester oder Polypropylen einen angenehmen und weichen Griff. Besonders vorteilhaft ist der Einsatz als Wäschennachbehandlungsmittel für Frottee und Leibwäsche.

Die Herstellung dieser Konzentrate erfolgt durch einfaches Vermischen oder Dispergieren der Einzelkomponenten a) bis d) und gegebenenfalls e) in Wasser. Die Konzentrate enthalten entweder jeweils eine Verbindung der Komponenten a) bis e) oder sie enthalten ein Gemisch aus zwei oder mehr Verbindungen der Komponenten a) bis e) innerhalb der angegebenen Grenzen. Liegt ein Gemisch aus zwei oder mehr Verbindungen der Komponenten a, b, c, d oder e vor, so ist deren Mischungsverhältnis untereinander völlig unkritisch und kann jeden beliebigen Wert annehmen. Die Mengen der einzelnen Komponenten a) bis d) werden innerhalb der angegebenen Grenzen so gewählt, daß das fertige Konzentrat, einschließlich eventuell zusätzlicher Mengen an Wasser und Hilfsstoffe, 100 Gew.-% ergibt. Die Einsatzmenge der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate beträgt etwa 10 - 20 g pro 4 kg Wäsche. Die Anwendung dieser Konzentrate erfolgt wie üblich, indem man sie im Anschluß an die Textilwäsche in das letzte Spülwasser gibt. Die vorstehend beschriebenen Wäscheweichspülmittelkonzentrate weisen gute weichmachende Eigenschaften auf. Sie zeichnen sich durch eine gute Parfümverträglichkeit und Stabilität aus. Die Kaltwasserdispergierbarkeit ist hervorragend. Eine Gelbildung wurde nicht beobachtet. Die Formulierungen zeigen auch in hoher konzentrierter Form eine niedrige Viskosität. Ein Nachdicken oder Gelieren nach längerer Lagerzeit (30 Tage) tritt nicht auf. Weiterer Gegenstand der Erfindung ist somit die Verwendung der erfindungsgemäßen Wäscheweichspülmittelkonzentrate zur Herstellung von Emulsionen.

Beispiele

55 In folgenden Beispielen sind einige erfindungsgemäße Wäscheweichspülmittel beschrieben. Prozentangaben sind in allen Fällen Gewichtsprozente. Die Herstellung der Formulierungen erfolgt durch einrühren der flüssigen, gepulverten bzw. geschmolzenen Komponenten in gegebenenfalls erhitztes Wasser.

EP 0 691 396 A2

Beispiel 1 (25 % Feststoffgehalt)

5

10

15

Distearyldimethylammoniumchlorid (WS)	15,0 %
Glycerin/Ethylenglykol-Teilester 1:1	7,5 %
Polyethylenglykol 400	2,5 %
Fettalkoholpolyglykolether + 8 EO	0,5 %
MgCl ₂ x 6 H ₂ O 20 %ig in E-Wasser	5,0 %
Wasser (0° d.H), Parfüm (max. 1,5 %), Farbstoff	ad 100,0 %

Beispiel 2 (30 % Feststoffgehalt)

20

25

30

Triethanolaminesterquat-methosulfat (WS)	20,0 %
Glycerin/Ethylenglykol-Teilester 0,66:1	3,0 %
Polyethylenglykol 400	3,5 %
Fettalkoholpolyglykolether + 15 EO	2,5 %
Glycerinmonostearat	2,5 %
MgCl ₂ x 6 H ₂ O 20 %ig in E-Wasser	5,0 %
Wasser (0° d.H), Parfüm (max. 1,8 %), Farbstoff	ad 100,0 %

35

Beispiel 3 (40 % Feststoffgehalt)

40

45

50

Distearyldimethylammoniumchlorid (WS)	25,0 %
Glycerin/Ethylenglykol-Teilester 0,5:1	1,5 %
Polyethylenglykol 200	3,5 %
Fettalkoholpolyglykolether + 20 EO	1,5 %
Fettaminoxethylat + 25 EO	7,5 %
Myristinsäure	1,0 %
MgCl ₂ x 6 H ₂ O 20 %ig in E-Wasser	5,0 %
Wasser (0° d.H), Parfüm (max. 2,4 %), Farbstoff	ad 100,0 %

55 Aussehen: Flüssige Dispersion, beliebig mit kaltem Wasser verdünnbar.

Beispiel 4 (50 % weichmachende Komponenten)

5

10

15

Triethanolaminesterquat-Methosulfat (WS)	40,0 %
Tetraglycerin-Monolaurat	5,0 %
Polyethylenglykol 400	5,0 %
Fettalkoholpolyglykolether + 5 EO	10,0 %
1,2-Propandiol	20,0 %
Isopropanol	5,0 %
Wasser (0° d.H), Farbstoff, Parfüm (ca. 3 %)	ad 100,0 %

20 Aussehen: Niedrigviskose, klare Lösung
1:4 bis 1:10 mit kaltem Wasser durch einfaches Aufschütteln zu gut dispergierbaren Emulsionen verarbeitbar.

Beispiel 5 (60 % weichmachende Komponenten)

25

30

35

Ditalgalkyldimethylimidazolinium-methosulfat (WS)	40,0 %
Diglycerinmonolaurat	5,0 %
Fettaminooxethylat + 5 EO	7,5 %
Polyoxethylen-(20)-Sorbitanmonolaurat	2,5 %
1,2-Propandiol	20,0 %
Salzsäure 5 N	3,8 %
Isopropanol, Farbstoff, Parfüm	ad 100,0 %

40

Aussehen: Niedrigviskose, klare Lösung
1:4 bis 1:10 mit kaltem Wasser durch einfaches Aufschütteln zu gut dispergierbaren Emulsionen verarbeitbar.

45

Patentansprüche

1. Wäscheweichspülmittelkonzentrat bestehend aus

50

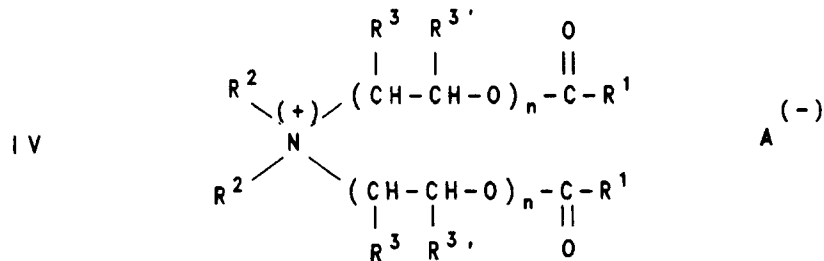
- a) 5 - 40 Gew.-% eines kationischen Weichmachers,
- b) 0,1 - 25 Gew.-% eines Esters einer C₁-C₂₂-Carbonsäure mit einem zwei-, drei- oder vierwertigen Alkohol mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen,
- c) 0 - 10 Gew.-% eines nichtionischen Dispergiermittels,
- d) 0 - 20 Gew.-% eines Polyglykols,
- e) Wasser und gegebenenfalls weitere übliche Hilfsstoffe entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%.

55

2. Konzentrat nach Anspruch 1, bestehend aus
10 - 25 Gew.-% der Komponente a),

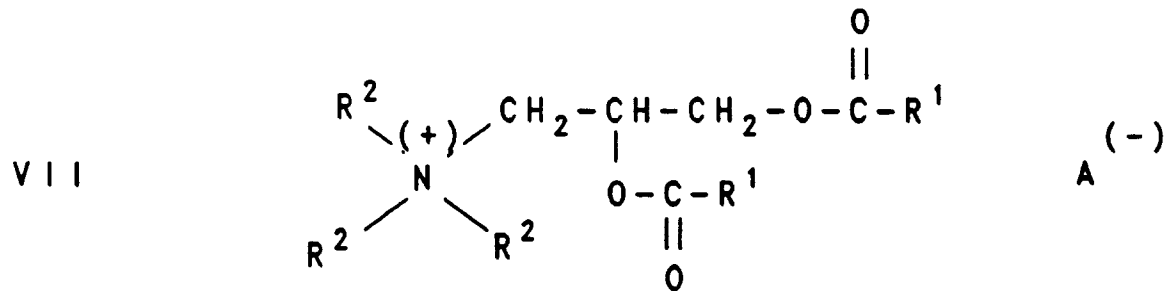
0,5 - 15 Gew.-% der Komponente b),
 0,5 - 5 Gew.-% der Komponente c),
 0,5 - 10 Gew.-% der Komponente d),
 und Wasser und gegebenenfalls Parfüm und Farbstoffen in Mengen entsprechend dem Ausgleich zu 100 Gew.-%.

3. Konzentrat nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente a) Verbindungen der Formel IV,



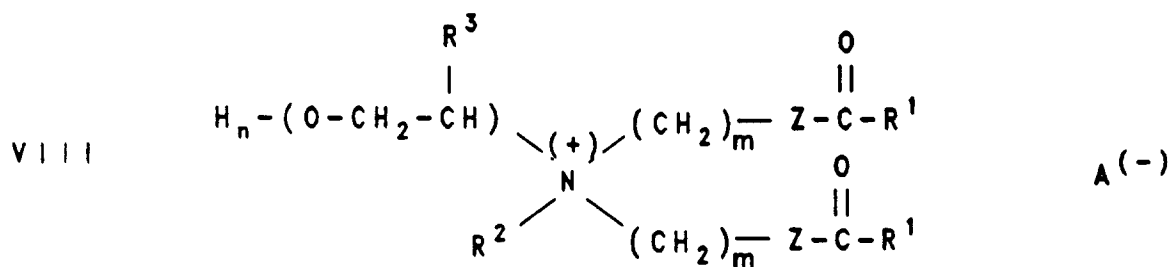
worin R¹ C₈-C₁₈-Alkyl, R² Methyl, R³ und R^{3'} Wasserstoff und n gleich 1 bedeuten, eingesetzt werden.

4. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente a) Verbindungen der Formel VII,



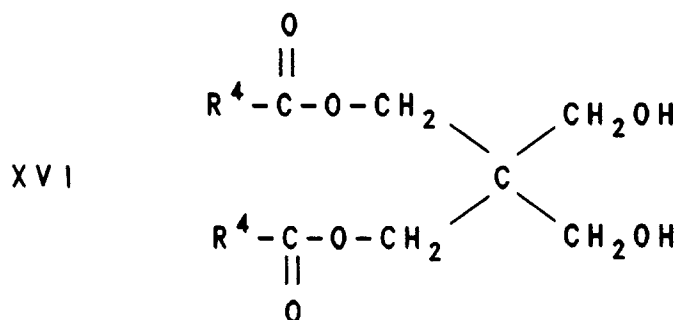
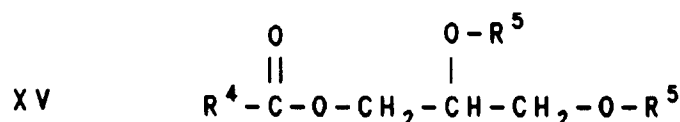
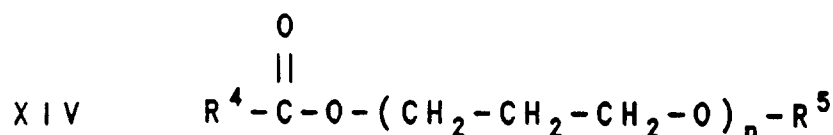
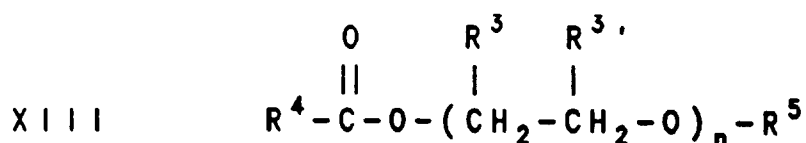
worin R¹ C₈-C₁₈-Alkyl und R² Methyl bedeuten, eingesetzt werden.

5. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente a) Verbindungen der Formel VIII,



worin R¹ C₈-C₁₈-Alkyl, R² Methyl, R³ Wasserstoff, Z Sauerstoff, m gleich 2 und n gleich 1 bedeuten, eingesetzt werden.

6. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente b) Ester der Formeln XIII bis XVI



worin

R^4 ein Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere 7 bis 17 Kohlenstoffatomen und/oder ein Alkenylrest mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere 12 bis 18 Kohlenstoffatomen,
 $\text{R}^3, \text{R}^{3'}$ Wasserstoff oder Methyl, wobei an benachbarten Kohlenstoffatomen befindliche Reste R^3 und $\text{R}^{3'}$ nicht gleichzeitig Methyl sind,
 R^5 Wasserstoff oder die Gruppe $\text{C}(\text{O})-\text{R}^4$

und

n eine Zahl von 1 bis 5, vorzugsweise 1,

eingesetzt werden.

7. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente b) eine Mischung der Ester der Formeln XIII und XV, worin R^3 und $\text{R}^{3'}$ Wasserstoff und n 2 oder 3 bedeuten, so wie sie üblicherweise bei der Umesterung von Triglyceriden mit Ethylenglykolen anfallen, eingesetzt wird.
8. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente c) oxethylierte Alkylphenole, oxethylierte Fettamine und/oder oxethylierte Fettalkohole eingesetzt werden.
9. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente d) Polyethylenglykole, Polypropylenglykole sowie die C_1 - C_4 -Alkylether dieser Verbindungen eingesetzt werden.

10. Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Feststoffgehalt mindestens 25 Gew.-% beträgt.

5 **11.** Konzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfsstoffe kationische oder nichtionische oberflächenaktive Substanzen, Elektrolyte, Absäuerungsmittel, organische Komplexbildner, optische Aufhellungsmittel, Lösungsvermittler sowie Farb- und Duftstoffe eingesetzt werden.

10 **12.** Verwendung des Wäscheweichspülmittelkonzentrates nach Anspruch 1 zur Herstellung von Wäscheweichspülmittelemulsionen.

13. Wäscheweichspülmittelemulsionen enthaltend das Wäscheweichspülmittelkonzentrat nach Anspruch 1.

15

20

25

30

35

40

45

50

55