**Europäisches Patentamt European Patent Office** Office européen des brevets



EP 0 872 541 A2 (11)

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:

21.10.1998 Patentblatt 1998/43

(21) Anmeldenummer: 98106391.0

(22) Anmeldetag: 08.04.1998

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **C11D 1/62**, C11D 1/24, C11D 1/66, C11D 1/86

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

**AL LT LV MK RO SI** 

(30) Priorität: 16.04.1997 DE 19715836

(71) Anmelder:

Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien 40589 Düsseldorf-Holthausen (DE)

(72) Erfinder:

- · Bonastre Gilabret, Nuria, Dr. 08210 Barbera del Vallès (ES)
- · Pi Subirana, Rafael, Dr. 08400 Granollers (ES)

#### (54)Flüssige Feinwaschmittel in Mikroemulsionsform

(57)Vorgeschlagen werden flüssige Feinwaschmittel in Mikroemulsionsform, enthaltend

- (a) 5 bis 7 Gew.-% Esterquats,
- (b) 7 bis 10 Gew.-% Alkylbenzolsulfonate und
- (c) 4 bis 8 Gew.-% Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside,

mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren üblichen Hilfsund Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen. Die Mittel eignen sich besonders für die Wäsche empfindlicher Textilien, beispielsweise auf Basis von Baumwolle, verleihen den Geweben einen angenehmen Weichgriff und vermindern die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern. Ein besonderer Vorteil liegt in der Tatsache, daß die Mikroemulsionen auch bei Temperaturbelastung über Monate lagerstabil sind.

#### **Beschreibung**

#### Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft flüssige Feinwaschmittel in Form von Mikroemulsionen mit einem definierten Gehalt an Esterquats, Alkylbenzolsulfonaten und Alk(en)yloligoglykosiden sowie die Verwendung der ternären Mischung zur Herstellung von Mikroemulsionen.

#### Stand der Technik

Beim Einsatz von Waschmitteln wird üblicherweise zwischen flüssigen und pulverförmigen oder granulierten Produkten sowie solchen für den universellen Einsatz oder die Behandlung von empfindlichen Textilien ("Feinwaschmittel") unterschieden. Demzufolge werden für diesen Zweck in der Regel "milde" Tenside eingesetzt, also oberflächenaktive Substanzen, die auch gegenüber der menschlichen Haut wenig aggressiv sind. So werden beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung WO 87/02050 (Henkel Corp.) Feinwaschmittel mit einem Gehalt an Alkylpolyglucosiden vorgeschlagen. Wäßrige Detergensgemische mit Alkyloligoglucosiden und Esterquats und deren Verwendung zur Herstellung von Waschmitteln sind aus der internationalen Patentanmeldung WO 94/06899 (Henkel) bekannt. Pulverförmige Waschpulver mit einen Gehalt an Alkylpolyglucosiden und Alkylbenzolsulfonaten sind Gegenstand der beiden

Ein Problem bei der Formulierung flüssiger Feinwaschmittel besteht darin, Zubereitungen zu entwickeln, die nicht nur aus anwendungstechnischer Sicht zufriedenstellend beurteilt werden können, also den Schmutz entfernen ohne empfindliches Gewebe anzugreifen und gleichzeitig den Geweben einen angenehmen Weichgriff zu verleihen sowie die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern herabzusetzen, sondern auch als Mikroemulsionen ausreichend viskos und lagerstabil sind, so daß auch bei Temperaturbelastung über mehrere Monate weder die Viskosität zusammenbricht noch Entmischung eintritt. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat darin bestanden, Mikroemulsionen dieses komplexen Anforderungsprofils zur Verfügung zu stellen.

#### Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung sind Flüssige Feinwaschmittel in Mikroemulsionsform, enthaltend

- (a) 5 bis 7, vorzugsweise 5 bis 6 Gew.-% Esterquats,
- (b) 7 bis 10, vorzugsweise 7 bis 8 Gew.-% Alkylbenzolsulfonate und
- (c) 4 bis 8, vorzugsweise 5 bis 6 Gew.-% Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside,

Druckschriften EP 0700070 B1 (Procter & Gamble) und EP 0554943 A2 (Unilever).

mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren üblichen Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

Übenaschenderweise wurde gefunden, daß die erfindungsgemäßen Mischungen Mikroemulsionen bilden, über ausgezeichnete Wasch- und Reinigungseigenschaften verfügen und damit behandelten Geweben, insbesondere empfindlichen Textilien wie beispielsweise Wollpullovern und dergleichen, nicht nur einen angenehmen Weichgriff verleihen, sondern auch die elektrostatische Aufladung zwischen den Fasern herabsetzen. Ein besonderer Vorteil liegt ferner darin, daß die Mikroemulsionen ausreichend viskos und auch bei Temperaturbelastung über Monate lagerstabil sind, ohne sich zu entmischen oder in der Viskosität abnehmen und es trotz der Kombination von anionischen und kationischen Tensiden nicht zur Salzbildung kommt.

# **Esterquats**

Unter der Bezeichnung "Esterquats" (Komponente a) werden im allgemeinen quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze verstanden. Es handelt sich dabei um bekannte Stoffe, die man nach den einschlägigen Methoden der präparativen organischen Chemie erhalten kann. In diesem Zusammenhang sei auf die Internationale Patentanmeldung WO 91/01295 (Henkel) verwiesen, nach der man Triethanolamin in Gegenwart von unterphosphoriger Säure mit Fettsäuren partiell verestert, Luft durchleitet und anschließend mit Dimethylsulfat oder Ethylenoxid quaterniert. Aus der Deutschen Patentschrift DE 4308794 C1 (Henkel) ist überdies ein Verfahren zur Herstellung fester Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung von Triethanolaminestern in Gegenwart von geeigneten Dispergatoren, vorzugsweise Fettalkoholen, durchführt. Übersichten zu diesem Thema sind beispielsweise von R.Puchta et al. in Tens.Surf.Det., 30, 186 (1993), M.Brock in Tens.Surf.Det. 30, 394 (1993), R.Lagerman et al. in J.Am.Oil.Chem.Soc., 71, 97 (1994) sowie I.Shapiro in Cosm.Toil. 109, 77 (1994) erschienen.

Die quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalze folgen der Formel (I),

20

30

35

10

5

45

$$\begin{array}{c} R^{4} \\ | \\ [R^{1}CO\text{-}(OCH_{2}CH_{2})_{m}OCH_{2}CH_{2}\text{-}N^{+}\text{-}CH_{2}CH_{2}O\text{-}(CH_{2}CH_{2}O)_{n}R^{2}] \ X^{-} \\ | \\ | \\ CH_{2}CH_{2}O(CH_{2}CH_{2}O)_{p}R^{3} \end{array}$$

5

35

40

45

50

in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>4</sup> für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>q</sub>H-Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht. Typische Beispiele für Esterquats, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Produkte auf Basis von Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Isostearinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Arachinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Druckspaltung natürlicher Fette und Öle anfallen. Vorzugsweise werden technische C<sub>12/18</sub>-Kokosfettsäuren und insbesondere teilgehärtete  $C_{16/18}$ -Talg- bzw. Palmfettsäuren sowie elaidinsäurereiche  $C_{16/18}$ -Fettsäureschnitte eingesetzt. Zur Herstellung der quaternierten Ester können die Fettsäuren und das Triethanolamin im molaren Verhältnis von 1,1:1 bis 3:1 eingesetzt werden. Im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Esterquats hat sich ein Einsatzverhältnis von 1,2:1 bis 2,2:1, vorzugsweise 1,5:1 bis 1,9:1 als besonders vorteilhaft erwiesen. Die bevorzugten Esterquats stellen technische Mischungen von Mono-, Di- und Triestern mit einem durchschnittlichen Veresterungsgrad von 1,5 bis 1,9 dar und leiten sich von technischer C<sub>16/18</sub>-Talg- bzw. Palmfettsäure (lodzahl 0 bis 40) ab. Aus anwendungstechnischer Sicht haben sich quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze der Formel (I) als besonders vorteilhaft erwiesen, in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für R<sup>1</sup>CO, R<sup>3</sup> für Wasserstoff, R<sup>4</sup> für eine Methylgruppe, m, n und p für 0 und X für Methylsulfat steht.

Neben den quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalzen kommen als Esterquats ferner auch quaternierte Estersalze von Fettsäuren mit Diethanolalkylaminen der Formel (II) in Betracht.

in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$  und  $R^5$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Als weitere Gruppe geeigneter Esterquats sind schließlich die quaternierten Estersalze von Fettsäuren mit 1,2-Dihydroxypropyldialkylaminen der Formel (III) zu nennen,

in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$ ,  $R^6$  und  $R^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Hinsichtlich der Auswahl der bevorzugten Fettsäuren und des optimalen Veresterungsgrades gelten die für (I) genannten Beispiele auch für die Esterquats der Formeln (II) und (III). Üblicherweise gelangen die Esterquats in Form 50 bis 90 Gew.-%iger alkoholischer Lösungen in den Handel, die bei Bedarf problemlos mit Wasser verdünnt werden können.

### Alkylbenzolsulfonate

5

10

15

20

Alkylbenzolsulfonate, die die Komponente (b) bilden, stellen bekannte anionische Tenside dar, die man großtechnisch durch Friedel-Crafts Alkylierung von Benzol mit geeigneten Olefinen, Kernsulfonierung der gebildeten Alkylaromaten mit gasförmigem Schwefeltrioxid und Neutralisation der resultieren Sulfonsäuren erhält. Üblicherweise folgen die Alkylbenzolsulfonate der Formel (IV),

$$R^8$$
-Ph-SO<sub>3</sub>X (IV)

in der R<sup>8</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 10 bis 16 Kohlenstoffatomen, Ph für einen Phenylrest und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht. Typische Beispiele sind Dodecylbenzolsulfonat und Tetradecylbenzolsulfonat in Form ihrer Natriumsalze.

Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside

Alkyl- und Alkenyloligoglykoside, die die Komponente (c) bilden, stellen bekannte nichtionische Tenside dar, die der Formel (V) folgen,

$$R^{9}O-[G]_{p} \tag{V}$$

in der R<sup>9</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie, beispielsweise durch sauer katalysierte Acetalisierung von Glucose mit Fettalkoholen erhalten werden. Die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside sind somit Alkylund/oder Alkenyloligoglucoside. Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (V) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während p in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muß und hier vor allem die Werte p = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alkyl- - und/oder Alkenyloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt. Der Alkyl-bzw. Alkenylrest R<sup>9</sup> kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside der Kettenlänge C<sub>8</sub>-C<sub>10</sub> (DP = 1 bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C<sub>12</sub>-Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucoside auf Basis technischer  $C_{9/11}$ -Oxoalkohole (DP = 1 bis 3). Der Alkyl- bzw. Alkenylrest  $R^9$  kann sich ferner auch von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside auf Basis von gehärtetem  $C_{12/14}$ -Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

## 50 Fettalkoholpolyglycolether

55

In einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthalten die Mittel weiterhin nichtionische Tenside vom Typ der Fettalkoholpolyglycolether, die der Formel (VI) folgen,

$$R^{10}O(CH_2CH_2O)_0H$$
 (VI)

#### EP 0 872 541 A2

in der R<sup>10</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und q für Zahlen von 1 bis 10 steht. Typische Beispiele sind Anlagerungsprodukte von durchschnittlich 1 bis 10 und vorzugsweise 2 bis 7 Mol Ethylenoxid an Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z.B. bei der Hochdruckhydrierung von technischen Methylestern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese sowie als Monomerfraktion bei der Dimerisierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen. Bevorzugt sind Anlagerungsprodukte von 3 bis 5 Mol Ethylenoxid an technische Fettalkohole mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Kokos-, Palm-, Palmkern- oder Talgfettalkohol. Die Mittel können die Niotenside in Mengen von 1 bis 10, vorzugsweise 3 bis 5 Gew.-% - bezogen auf die Mittel - enthalten.

#### Weitere Hilfs- und Zusatzstoffe

10

15

Die Mittel können neben den genannten Tensiden weitere typische Inhaltsstoffe wie beispielsweise Builder, Enzyme, Enzymstabilisatoren, Bleichmittel, optische Aufheller, Verdickungsmittel, Soil repellants, Schauminhibitoren, Lösungsvermittler, anorganische Salze sowie Duft- und Farbstoffe aufweisen.

Geeignete Builder sind Zeolithe, Schichtsilicate, Phosphate sowie Ethylendiamintetraessigsäure, Nitrilotriessigsäure, Citronensäure sowie anorganische Phosphonsäuren. Unter den als Peroxy-Bleichmittel dienenden Verbindungen haben das Natriumperborat-Tetrahydrat und das Natriumperborat-Monohydrat eine besondere Bedeutung. Weitere Bleichmittel sind beispielsweise Peroxycarbonat, Citratperhydrate sowie H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-liefernde persaure Salze der Persäuren wie Perbenzoate, Peroxyphthalate oder Diperoxydodecandisäure. Sie werden üblicherweise in Mengen von 8 bis 25 Gew.-% eingesetzt. Bevorzugt ist der Einsatz von Natriumperborat-Monohydrat in Mengen von 10 bis 20 Gew.-% und insbesondere von 10 bis 15 Gew.-%. Durch seine Fähigkeit, unter Ausbildung des Tetrahydrats freies Wasser binden zu können, trägt es zur Erhöhung der Stabilität des Mittels bei. Als Verdickungsmittel können beispielsweise gehärtetes Rizinusöl, Salze von langkettigen Fettsäuren, die vorzugsweise in Mengen von 0 bis 5 Gew.-% und insbesondere in Mengen von 0.5 bis 2 Gew.-%, beispielsweise Natrium-, Kalium-, Aluminium-, Magnesium- und Titan-Stearate oder die Natrium und/oder Kaliumsalze der Behensäure, sowie weitere polymere Verbindungen eingesetzt werden. Zu den letzten gehören bevorzugt Polyvinylpyrrolidon, Urethane und die Salze polymerer Polycarboxylate, beispielsweise homopolymerer oder copolymerer Polyacrylate, Polymethacrylate und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche aus 50 bis 10% Maleinsäure. Die relative Molekülmasse der Homopolymeren liegt im allgemeinen zwischen 1000 und 100000, die der Copolymeren zwischen 2000 und 200000, vorzugsweise zwischen 50000 bis 120000, bezogen auf die freie Säure. Insbesondere sind auch wasserlösliche Polyacrylate geeignet, die beispielsweise mit etwa 1% eines Polyallylethers der Sucrose quervernetzt sind und die eine relative Molekülmasse oberhalb 1000000 besitzen Beispiele hierfür sind unter dem Namen Carbopol® 940 und 941 erhältliche Polymere. Die quervernetzten Polyacrylate werden vorzugsweise in Mengen nicht über 1 Gew.-% besonders bevorzugt in Mengen von 0,2 bis 0,7 Gew.-% eingesetzt. Als Enzyme kommen solche aus der Klasse der Proteasen, Lipase, Amylasen, Cellulasen bzw. deren Gemische in Frage. Besonders gut geeignet sind aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie Bacillus subtilis, Bacillus lichenformis und Strptomyces griseus gewonnene enzymatische Wirkstoffe. Vorzugsweise werden Proteasen vom Subtilisin-Typ und insbesondere Proteasen, die aus Bacillus lentes gewonnen werden, eingesetzt. Ihr Anteil kann etwa 0,2 bis 2 Gew.-% betragen. Die Enzyme können an Trägerstoffen adsorbiert oder in Hüllsubstanzen eingebettet sein, um sie gegen vorzeitige Zersetzung zu schützen. Zusätzlich zu mono- und polyfunktionellen Alkoholen und Phosphonaten können die Mittel weitere Enzymstabilisatoren enthalten. Beispielsweise können 0,5 bis 1 Gew.-% Natriumformiat eingesetzt werden. Möglich ist auch der Einsatz von Proteasen, die mit löslichen Calciumsalzen und einem Calciumgehalt von vorzugsweise etwa 1,2 Gew.-%, bezogen auf das Enzym, stabilisiert sind. Besonders vorteilhaft ist jedoch der Einsatz von Borverbindungen, beispielsweise von Borsäure, Boroxid, Borax und anderen Alkalimetallboraten wie den Salzen der Orthoborsäure (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), der Metaborsäure (HBO<sub>2</sub>) und der Pyroborsäure (Tetraborsäure H<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>). Beim Einsatz im maschinellen Waschverfahren kann es von Vorteil sein, den Mitteln übliche Schauminhibitoren zuzusetzen. Geeignete Schauminhibitoren enthalten beispielsweise bekannte Organopolysiloxane, Paraffine oder Wachse.

## **Gewerbliche Anwendbarkeit**

Ein besonderer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß nur innerhalb der engen Konzentrationsbereiche lagerstabile Mikroemulsionen erhalten werden. Dementsprechend betrifft ein weiterer Gegenstand der Erfindung die Verwendung der ternären Tensidmischung zur Herstellung von Mikroemulsionen.

#### EP 0 872 541 A2

#### **Beispiele**

20

25

30

35

40

45

50

Die Beschaffenheit verschiedener Testprodukte wurde unmittelbar nach der Herstellung sowie nach Lagerung beurteilt. Dabei bedeutet in der Zeile "Mikroemulsion" (+), daß die Mischung als Mikroemulsion vorlag, (-), daß keine Mikroemulsion gebildet wurde. In der folgenden Zeile ist die Stabilität nach Lagerung angegeben; (+) steht für stabil, (-) für getrennt. Die Viskosität der Zubereitungen wurde unmittelbar nach der Herstellung nach der Brookfield-Methode in einem RVT-Viskosimeter (20°C, Spindel 1, 10 Upm) gemessen. Anschließend wurde Baumwollgewebe (Testanschmutzung: Sebum) in einer Haushaltswaschmaschine mit einem Fassungsvermögen von 50 I mit den Zubereitungen bei 40°C gewaschen (Einsatzmenge 1 g/l) und der Weißgrad photometrisch gegen einen Standard bestimmt. Der Weichgriff wurde von einem Panel erfahrener Personen subjektiv auf einer Skala von (1) = weich bis (4) = hart bewertet. Die Zusammensetzungen und Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Beispiele 1 bis 4 sind erfindungsgemäß, die Versuche V1 bis V4 dienen zum Vergleich.

Tabelle 1

Zusammensetzung und Performance von flüssigen Feinwaschmtteln											
Zusammensetzung / Performance	1	2	3	4	V1	V2	V3	V4			
Methylquaternierter Dipalmettsäuretriethanolaminester, Methylsulfatsalz	5,0	5,0	6,0	6,0	8,0	2,0	2,5	5,0			
Dodecylbenzolsulfonat-Natriumsalz	8,5	10,0	8,0	10,0	7,0	12,0	7,0	7,0			
Kokosalkylpolyglucosid	7,0	4,0	6,0	4,0	4,0	6,0	7,5	10,0			
Kokosfettalkohol+3EO	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0			
Ölsäure-Triethanolaminsalz	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0			
Wasser	ad 100										
Mikroemulsion	+	+	+	+	-	-	+	+			
Lagerstabilität (3 w, 40°C)	+	+	+	+	-	-	-	-			
Viskosität [mPas]	6085	5900	4625	4890	335	930	4170	4670			
Remission [%-rel]	65,0	62,0	63,3	64,1	-	-	55,1	60,0			
Weichgriff	1,5	2,0	1,5	2,0	-	-	3,0	2,5			

Die Beispiele und Vergleichsbeispiele zeigen, daß nur innerhalb der angegebenen engen Konzentrationsbereiche stabile Mikroemulsionen einer ausreichend hohen Viskosität erhalten werden, die gleichzeitig über ein hohes Waschvermögen verfügen und den Geweben einen angenehmen Weichgriff verleihen.

#### Patentansprüche

- 1. Flüssige Feinwaschmittel in Mikroemulsionsform, enthaltend
  - (a) 5 bis 7 Gew.-% Esterquats,
  - (b) 7 bis 10 Gew.-% Alkylbenzolsulfonate und
  - (c) 4 bis 8 Gew.-% Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside,

mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben mit Wasser und gegebenenfalls weiteren üblichen Hilfs- und Zusatzstoffen zu 100 Gew.-% ergänzen.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (I) enthalten,

55

$$\begin{array}{c} R^{4} \\ | \\ | \\ [R^{1}CO\text{-}(OCH_{2}CH_{2})_{m}OCH_{2}CH_{2}\text{-}N^{+}\text{-}CH_{2}CH_{2}O\text{-}(CH_{2}CH_{2}O)_{n}R^{2}] \ X^{-} \\ | \\ | \\ CH_{2}CH_{2}O(CH_{2}CH_{2}O)_{p}R^{3} \end{array}$$

5

10

15

20

25

35

40

50

55

in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  und  $R^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(CH_2CH_2O)_qH$ -Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

3. Mittel nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (II) enthalten,

in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

30 4. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (III) enthalten,

in der R<sup>1</sup>CO für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>2</sup> für Wasserstoff oder R<sup>1</sup>CO, R<sup>4</sup>, R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

45 **5.** Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie Alkylbenzolsulfonate der Formel (IV) enthalten,

$$R^8$$
-Ph-SO<sub>3</sub>X (IV)

in der R<sup>8</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 10 bis 16 Kohlenstoffatomen, Ph für einen Phenylrest und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht.

6. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie Alkyl- und Alkenyloligoglyside der Formel (V) enthalten,

# EP 0 872 541 A2

		R <sup>9</sup> O-[G] <sub>p</sub>	(V)
5		in der $R^9$ für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht.	5 oder 6
10	7.	Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 6, <b>dadurch gekennzeichne</b> t, daß sie weiterhin Fettalkoholpolyglycole Formel <b>(VI)</b> enthalten,	ether der
		$R^{10}O(CH_2CH_2O)_qH$	VI)
15		in der R <sup>10</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und q für Zahlen von 1 bis	10 steht.
	8.	Verwendung von Mischungen nach Anspruch 1 zur Herstellung von Mikroemulsionen.	
20			
25			
30			
35			
40			
45			
50			
55			