

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 002 033 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
31.03.2004 Patentblatt 2004/14

(51) Int Cl.7: **C11D 1/835**, D21H 21/24,
D06M 13/148, D06M 13/224

(21) Anmeldenummer: **98941384.4**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP1998/004534

(22) Anmeldetag: **20.07.1998**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 1999/005246 (04.02.1999 Gazette 1999/05)

(54) **NIEDRIGVISKOSE DISPERSION ZUR PAPIER- UND TEXTILBEHANDLUNG**

LOW VISCOSITY DISPERSION FOR PAPER OR TEXTILE PROCESSING

DISPERSION DE FAIBLE VISCOSITE DESTINEE AU TRAITEMENT DU PAPIER ET DU TEXTILE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT PT

(30) Priorität: **28.07.1997 DE 19732396**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.05.2000 Patentblatt 2000/21

(73) Patentinhaber: **Cognis Deutschland GmbH & Co.
KG**
40589 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:
• **BEHLER, Ansgar**
D-46240 Bottrop (DE)

- **WAHLE, Bernd**
D-41564 Kaarst (DE)
- **BÖNNIGER, Ludwig**
D-47906 Kempen (DE)
- **REICHERT, Yvonne**
D-47829 Krefeld (DE)
- **FOLGE, Almud**
D-40764 Langenfeld (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 431 652 EP-A- 0 691 396
WO-A-94/26974 DE-A- 3 501 521
FR-A- 2 540 901 US-A- 5 223 096

EP 1 002 033 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

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft konzentrierte, niedrigviskose wäßrige Dispersionen zur Behandlung von Papier und Textilien, ein Herstellverfahren für diese Dispersion sowie die Verwendung der Dispersion zur weichmachenden Ausrüstung von Papier und Textilien.

[0002] Bei vielen Produkten der Papier- und Textiltechnik spielt die Weichheit eine wichtige Rolle. So erwartet der Verbraucher, daß sich Textilien oder Papierprodukten, z.B. Papiertaschentüchern, Haushaltstücher oder Hygieneartikeln, möglichst weich anfühlen. Zur weichmachenden Ausrüstung von Papier und Textilien sind daher bereits eine Vielzahl von geeigneten Verbindungen und Zusammensetzungen bekannt. Aus der **US 3,594,224** ist bekannt, daß bestimmte quaternäre Ammoniumverbindungen geeignet sind, um die Weichheit von Cellulosefasern zu verbessern. Die **WO 96/08601** schlägt ein polysiloxanhaltiges Behandlungsmittel für Tissueprodukte vor, wobei das Mittel neben Polysiloxanen noch eine Polyhydroxyverbindung, wie Polyethylenglykol oder Glycerin enthält. Die **WO 94/10381** beschreibt Mischungen von quaternären Ammoniumverbindungen und Polyethylenglykol oder Polypropylenglykol zur weichmachenden Ausrüstung von Papierprodukten und cellulosehaltigen Fasern. Die **EP 569 847 A1** beschreibt als Wirkstoffkomponente für Wäscheweichspülerformulierungen alkoxylierte natürliche Öle und Fette. In der **EP 494 769 A2** werden Textilweichmacher auf Basis von Pentaerythritestern beschrieben. Die **EP 698 140 B1** beansprucht Tissue-Papier, welches mit einem trikomponentigen Weichmacher behandelt wird. Als weichmachende Komponente werden Sorbitanfettsäureester verwendet. Diese Verbindungen werden in Form wäßriger Dispersionen formuliert und in geeigneter Weise auf die Produkte aufgetragen. Als geeignetes Emulgatorsystem schlägt die **EP 698 140 B1** nichtionische Emulgatoren, wie Alkyl(oligo)glycoside oder ethoxylierte bzw. propoxylierte Sorbitanester in Kombination mit ausgewählten Polyhydroxyverbindungen vor. Die EP 691 396 beschreibt Weichmacher konzentrate, die in Kombination mit 0.1 bis 25 Gew% eines Esters einer C₁₋₂₂-Carbonsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen sowie Polyolen 5-40 Gew.% kationischen Weichmacher enthalten.

[0003] Diese Mittel enthalten häufig aber nur bis zu 10 Gew.-% an Aktivsubstanzen, da höher konzentrierte Dispersionen auch eine deutlich erhöhte Viskosität aufweisen können, die eine direkte Verarbeitung, z.B. mittels Sprühauftrag auf die Textil- oder Papierbahn, erschwert oder unmöglich macht. Derartige hochkonzentrierten Dispersionen neigen auch schneller zum Entmischen bzw. Brechen und weisen eine verringerte Lagerstabilität auf.

[0004] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, konzentrierte aber niedrigviskose Mittel in Form wäßriger Dispersionen für die weichmachende Behandlung von Papier und Textilien bereitzustellen.

[0005] Es wurde gefunden, daß Dispersionen, die eine ausgewählte Weichmacherkombination auf Basis von Glycerin und dessen Derivaten enthalten, die oben genannten Anforderungen an niedrige Viskosität und hohe Stabilität erfüllen.

[0006] Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind daher konzentrierte, niedrigviskose, wäßrige Dispersionen zur weichmachenden Ausrüstung von Papier und Textilien, die enthalten

- a) eine nichtionische Weichmacherkomponente die aus Mono- oder Diestern des Glycerins mit C₈₋₂₂-Fettsäuren und Mischungen hiervon ausgewählt ist.
- b) eine Polyolverbindung
- c) kationische und nichtionische Emulgatoren
- d) 70 bis 90 Gew.-% Wasser

und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und Zusatzstoffen, wobei das Gewichtsverhältnis der Komponenten a) und b) zwischen 2.5 : 1 und 1 : 2.5 beträgt und die kationischen Emulgatoren in Mengen zwischen 0,5 und 3,0 Gew.% enthalten sind.

[0007] Die erfindungsgemäßen Dispersionen sind niedrigviskos, d.h. sie weisen vorzugsweise eine Brookfield-Viskosität, gemessen bei 20 °C mit Spindel 1 und 20 U/min pro Minute, zwischen 1 und 100 mPa s und insbesondere zwischen 1 und 50 mPa s auf. Besonders bevorzugt sind Dispersionen deren Viskosität unter 10 mPa s liegt. Der Wassergehalt liegt zwischen 70 und 90 Gew.-%, wobei Dispersionen mit weniger als 80 Gew.-% Wasser bevorzugt sind. Die Dispersion sind feinteilig und lagerstabil und können direkt auf das Papier oder die Textilien aufgetragen werden. Eine zusätzliche Verdünnung oder sonstige Konditionierung ist nicht notwendig.

[0008] Die Dispersionen eignen sich allgemein zur weichmachenden Behandlung von Papier oder Textilien. Sie können sowohl zur permanenten Ausrüstung, aber auch zur temporären Ausrüstung verwendet werden. So ist es möglich, die Dispersionen bei der Herstellung oder Veredelung von Papierprodukten oder Textilien einzusetzen oder als Nachbehandlungs- oder Wäscheweichspülmittel bei der maschinellen oder industriellen Wäsche bzw. als Tumblerhilfsmittel.

[0009] Im Rahmen der vorliegenden Anmeldung werden unter Textilien alle textilen Stückwaren verstanden, die synthetische oder natürliche Fasern, z.B. Wolle, Baumwolle, Polyamid-Polyester- oder Polyacrylfasern bzw. Mischungen dieser Fasern enthalten. Es können aber auch die Textilfasern selbst mit den Dispersionen behandelt werden.

Neben Papier und Papierprodukten können auch cellulosehaltige Fasern, z.B. Zell- und Holzstofffasern sowie Vliese aus diesen Fasern mit den Dispersionen behandelt werden. Bevorzugt ist die Verwendung der Dispersionen zur weichmachenden Ausrüstung von Papier bzw. Papierprodukten. Dazu zählt z.B. Tissuepapier, welches bei der Herstellung von Taschen-, Küchen- bzw. Haushaltstüchern, sowie Hygieneartikeln wie Tampons, Toilettenpapier und Windeln verwendet wird.

[0010] Bei der Behandlung von Papier oder Textilien können alle dem Fachmann bekannten Verfahren zum Aufbringen von flüssigen Behandlungsmittel eingesetzt werden, z.B. durch Drucken, Sprühen, Pflatschen, Fouladieren, Leimpressen, Luftdüsen, Rakel, Walzen oder Gravur. In der Regel werden dazu Textil- oder Papierbahnen in geeigneten Maschinen mit den Dispersionen in Kontakt gebracht und dabei die Dispersion in geeigneten Mengen auf das Textilgut bzw. das Papier aufgebracht. Bei der Behandlung von Textilgut sind auch Aufziehverfahren möglich, bei denen das Textilgut in der wäßrigen Dispersion verweilt und die Wirkstoffe dabei auf die Fasern aufziehen. Die Dispersionen können gegebenenfalls auch in heißem Zustand, d.h. bei Temperaturen bis 80 °C eingesetzt werden.

[0011] Derartige Verfahren sind für die Papierveredelung beispielsweise im **Handbook of Paperboard and Board, R.R.A. Higham, BB Ltd., London 1970, Seiten 142 bis 169** oder für die Textiltechnik in **Veredelung von Textilien, VEB Fachbuchverlag Leipzig 1990, Seiten 193 bis 228** beschrieben.

[0012] Als nichtionische weichmachende Komponente a) enthalten die Dispersionen Mono- oder Diester des Glycerins mit C₈₋₂₂-Fettsäuren, wobei die C₈₋₂₂-Fettsäuren linear oder verzweigt, gesättigt oder ungesättigt sein können. Geeignet sind insbesondere Glycerinester auf Basis gesättigter, linearer Fettsäuren, wie beispielsweise der Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Arachin- oder Behensäure bzw. Mischungen dieser Säuren. Die Mono- oder Diglyceride können auch in Form von Mischungen eingesetzt werden, wie sie bedingt durch das technische Herstellungsverfahren anfallen. Die Glyceride können auch in beliebigen Mischungen von Mono- und Diglyceriden enthalten sein. Bevorzugt sind aber Dispersionen, die, bezogen auf die Weichmacherkomponente a), zu mindestens 60 Gew.-% Diglyceride enthalten. Die Dispersionen enthalten die nichtionische Weichmacherkomponente a) vorzugsweise in Mengen zwischen 1 und 14 Gew.-%, wobei solche Dispersionen bevorzugt sind, die den Weichmacher in Mengen zwischen 5 und 10 Gew.-% enthalten.

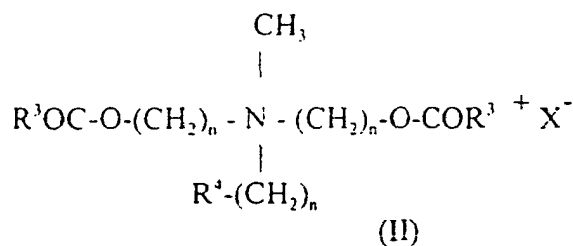
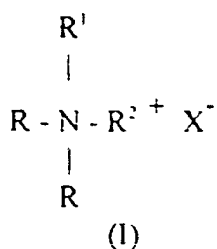
[0013] Als weiteren wesentlichen Inhaltsstoff enthalten die Dispersionen mindestens eine Polyolverbindung b) in solchen Mengen, daß das Gewichtsverhältnis zwischen der nichtionischen Weichmacherkomponente und der Polyolverbindung im Bereich von 2.5 : 1 bis 1 : 2.5 und vorzugsweise im Bereich von 2.0 : 1 bis 1 : 1 liegt. Unter Polyolverbindung werden organische Verbindungen mit mindestens zwei Kohlenstoffatomen und mindestens zwei Hydroxylgruppen im Molekül verstanden, wobei die Hydroxylgruppe nicht derivatisiert sind. Geeignete Polyoverbindungen sind beispielsweise Glycerin und dessen Dimeren oder Trimeren, Glykole und deren Polymeren, Pentaerythrit, Di- und Trimethylolpropan, Sorbitan, Manitol, Xylitol, Glucose, Mannose oder Fructose.

[0014] Bevorzugt enthalten die Dispersionen als Polyolverbindung Glycerin, Diethylenglykol, Polyethylenglykol oder 1,2-Propylenglykol und Mischungen hiervon. Bevorzugt sind weiterhin solche Dispersionen, die Polyethylenglykol mit einem mittleren Molekulargewicht zwischen 200 und 1000 und vorzugsweise zwischen 200 und 600 enthalten.

[0015] Der Anteil an Polyolverbindungen b) liegt vorzugsweise im Bereich von 1,0 bis 12,0 Gew.-% und insbesondere im Bereich zwischen 5 und 10 Gew.-%. Besonders geeignet sind dabei Mischungen aus Glycerin mit Polyethylenglykol und insbesondere solche Mischungen, bei denen das Gewichtsverhältnis zwischen Glycerin und Polyethylenglykol zwischen 10 : 1 und 6 : 1 beträgt. Die Glykole sind vorzugsweise in Mengen zwischen 0,1 und 2,0 Gew.-% und insbesondere zwischen 0,1 und 1,0 Gew.-% enthalten.

[0016] Als Emulgatoren c) für die nichtionischen Weichmacher enthalten die erfindungsgemäßen Dispersionen ein System aus kationischen und nichtionischen Emulgatoren. Als nichtionische Emulgatoren eignen sich insbesondere Fettsäuren und Fettalkohole bzw. deren Derivate, insbesondere deren Umsetzungsprodukte mit Alkoxiden wie Ethylenoxid, Propylenoxid und/oder Butylenoxid. Als kationische Emulgatoren kommen vorzugsweise Verbindungen mit mindestens einem kationisch geladenen Stickstoffatom in Frage.

[0017] Geeignete kationische Emulgatoren sind vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe der quaternären Ammoniumverbindungen der Formeln (I) und (II)

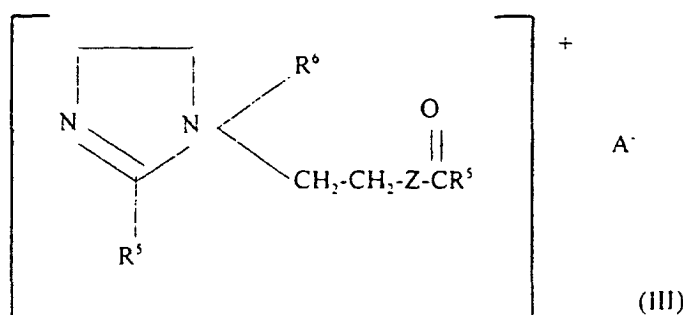


wobei R für einen acyclischen Alkylrest mit 12 bis 24 C-Atomen, R¹ für einen gesättigten C₁-C₄ Alkyl- oder Hydroxyalkylrest steht, R² entweder gleich R oder R¹ ist und COR³ für einen aliphatischen Acylrest mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen steht sowie R⁴ gleich Wasserstoff oder OH bedeutet, wobei n den Wert 1, 2 oder 3 hat und X entweder ein Halogenid-, Methosulfat-, Metaphosphat- oder Phosphation ist, sowie Mischungen dieser Verbindungen. Besonders bevorzugt sind Verbindungen, die Alkylreste mit 16 bis 18 C-Atomen enthalten.

[0018] Beispiele für kationische Emulgatoren der Formel (I) sind Didecyldimethylammoniumchlorid, Ditalgdimethylammoniumchlorid oder Dihexadecyldimethylammoniumchlorid. Beispiele für Verbindungen der Formel (II) sind Methyl-N,N-bis(acyloxyethyl)-N-(2-hydroxyethyl)-ammonium-methosulfat. Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)ammonium-methosulfat und Bis-(palmitoyl)ethyl-hydroxyethyl-methyl-ammonium-methosulfat oder. Neben den Verbindungen der Formeln (I) und (II) können auch kurzkettinge, wasserlösliche, quaternäre Ammoniumverbindungen eingesetzt werden, wie beispielsweise Trihydroxyethyl-methyl-ammonium-methosulfat oder Cetyl-trimethyl-ammonium-chlorid. Auch protonierte Alkylaminverbindungen, die weichmachende Wirkung aufweisen, sind geeignet.

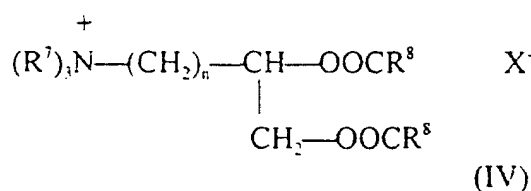
Werden quaternierte Verbindungen der Formel (II) eingesetzt, die ungesättigte Alkylketten aufweisen, sind die Acylgruppen bevorzugt, deren korrespondierenden Fettsäuren eine Jodzahl zwischen 5 und 25, vorzugsweise zwischen 10 und 25 und insbesondere zwischen 15 und 20 aufweisen und die ein cis/trans-Isomerenverhältnis (in Gew.-%) von 30 : 70, vorzugsweise größer als 50 : 50 und insbesondere größer als 70 : 30 haben.

[0019] Neben den oben beschriebenen quaternären Verbindungen können auch andere bekannte Verbindungen eingesetzt werden, wie beispielsweise quaternäre Imidazoliniumverbindungen der Formel (III)



wobei R⁵ einen gesättigten Alkylrest mit 12 bis 18 C-Atomen, R⁶ einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen oder Wasserstoff bedeutet und Z eine NH-Gruppe oder Sauerstoff bedeutet und A ein Anion ist.

[0020] Weitere geeignete quaternäre Verbindungen sind durch Formel (IV) beschrieben,



wobei R⁷ jeweils unabhängig ausgewählt für eine C₁₋₄ Alkyl-, Alkenyl- oder Hydroxyalkylgruppe steht. R⁸ jeweils unabhängig ausgewählt eine C₈₋₂₈ Alkylgruppe darstellt und n eine Zahl zwischen 0 und 5 ist. X steht für ein Anion, beispielsweise ein Halogenid-, Methosulfat-, Metaphosphat- oder Phosphation. Die erfindungsgemäßen Dispersionen enthalten die kationischen Emulgatoren in Mengen zwischen 0,5 und 3,0 Gew.-% und insbesondere zwischen 1,0 und 2,0 Gew.-%.

[0021] Weiterhin enthalten die Dispersionen nichtionische Emulgatoren, vorzugsweise aus der Gruppe der alkoxylierten Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen, der alkoxylierten Fettsäureester aus Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen mit einwertigen Alkoholen mit 1 bis 10 C-Atomen und der alkoxylierten Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, wobei die alkoxylierten Verbindungen HLB-Werte zwischen 3 und 20 und vorzugsweise zwischen 8 und 16 aufweisen. Der HLB-Wert (hydrophilic-lipophilic-Balance) ist ein Maß für die Wasser- bzw. Öl-Löslichkeit nichtionischer Tenside (vergl. Römpp Chemie Lexikon, Band 3, 9. Auflage 1990, Seite 1812-13). Er ist durch die folgende Gleichung definiert:

$$HLB = 20 \left(1 - \frac{VZ}{SZ} \right)$$

wobei SZ für die Säurezahl und VZ für die Verseifungszahl der entsprechenden Verbindung steht.

[0022] Die Fettsäureesteralkoxylate sind bekannte Verbindungen, die beispielsweise in der **US 2,678,935**, **US 3,539,518**, **US 4,022,808** oder **GB 1,050,497** beschrieben werden.

[0023] Die alkoxylierten Fettsäureester können durch alle dem Fachmann bekannten Methoden hergestellt werden, z.B. durch Veresterung von Fettsäuren mit alkoxyliertem Methanol, wie es beispielsweise die **US 3,539,518** beschreibt. Eine weitere Möglichkeit besteht in der direkten Umsetzung von Fettsäureestern mit Alkylenoxiden in Gegenwart von Übergangsmetallkatalysatoren, wie in der **US 4,022,808** beschrieben. Vorzugsweise werden die Fettsäurealkylesteralkoxylate aber durch eine heterogen katalysierte Direktalkoxylierung von Fettsäurealkylester mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid an hydrophobierten Hydrotalciten hergestellt. Dieses Syntheseverfahren sind in den Offenlegungsschriften **WO 90/13533** und **WO 91/15441** ausführlich beschrieben. Die dabei entstehenden Produkte zeichnen sich durch eine niedrige OH-Zahl aus. Die Reaktion wird einstufig durchgeführt und man erhält hellfarbige Produkte. Die als Ausgangsstoffe dienenden Fettsäurealkylester können sowohl aus natürlichen Ölen und Fetten gewonnen als auch auf synthetischem Wege hergestellt werden.

[0024] Beispiel für besonders geeignete nichtionische Emulgatoren sind C₁₂₋₁₈-Fettalkohole mit 7 bis 14 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol oder Cetyl/Stearylalkohol mit 20 Mol Ethylenoxid sowie C₁₂₋₁₈-Fettsäuren bzw. Fettsäureester mit C₁₋₄-Alkoholen, die zwischen 8 und 16 Mol Ethylenoxid pro Mol Fettsäure oder Ester enthalten.

[0025] Weitere geeignete nichtionische Emulgatoren sind ausgewählt aus der Gruppe der Alkyl(oligo)glycoside der Formel R-O-[Z]_x in der R für einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, Z für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 C-Atomen und x für eine Zahl zwischen 1 und 10 steht. Alkyl(oligo)glycoside, ihre Herstellung und Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus **DE 19 43 689 A1** oder aus **DE 38 27 543 A1** bekannt.

[0026] Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem mittleren Oligomerisationsgrad bis etwa 2 besonders geeignet sind. Als Glycosid-Rest ist in den handelsüblichen Alkyloligoglycosiden der Glucosidrest enthalten.

[0027] Der Anteil an nichtionischen Emulgatoren liegt vorzugsweise zwischen 0,1 und 3,0 Gew.-% und insbesondere zwischen 0,5 und 1,5 Gew.-%.

[0028] Die Dispersionen enthalten als Lösungsmittel d) Wasser in Mengen zwischen 70 und 90 Gew.-%. Vorzugsweise wird entsalztes Wasser verwendet. Es kann aber auch Leitungswasser verwendet werden. Der pH-Wert der Dispersionen liegt vorzugsweise im Bereich von 4,5 bis 7,5 und insbesondere im Bereich zwischen 5,0 und 6,5 und kann durch Zugabe von geeigneten Säuren, z.B. HCl oder Basen, wie wäßrige Natronlauge, eingestellt werden.

[0029] Neben den beschriebenen Inhaltsstoffen a) bis d) können die erfindungsgemäßen Dispersionen noch weitere, in der Papier- bzw. Textiltechnik übliche Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten. Dazu zählen z.B. Biozide. Konservierungsmittel, Farbstoffe, Perlglanzmittel, Entschäumer. Soil-release-Verbindungen, UV-Absorbentien, Parfümöle oder Duftstoffe und sonstige aus native Quellen gewonnene Additive, z.B. Vitamine oder Pflanzenextrakte.

[0030] Die beschriebenen Dispersionen können auf jede dem Fachmann bekannte Weise hergestellt werden. Es ist aber bevorzugt, den nichtionischen Weichmacher und den kationischen Emulgator gemeinsam zu einer Mischung der restlichen Komponenten (nichtionischer Emulgator, Glycerin und Wasser sowie ggf. Hilfs- und Zusatzstoffe) zu geben, wobei es in Abhängigkeit von den Schmelzpunkten der einzelnen Komponenten notwendig sein kann, die Mischungen zu erwärmen, in der Regel auf Temperaturen zwischen 40 und 80 °C. Anschließend wird die Rohdispersion intensiv

vermischt.

[0031] Die Dispersionen sind feinteilig und enthalten zu mindestens 90 % (Anzahlverteilung) Teilchen, die kleiner als 1000 nm, vorzugsweise kleiner als 500 nm sind. Daher können nur solche Homogenisatoren verwendet werden, die ausreichend große Scherkräfte übertragen, um die gewünschten feinteiligen Dispersionen zu erhalten. Geeignete Geräte sind beispielsweise Hochdruck- oder Ultraschall-Homogenisatoren.

[0032] Es hat sich gezeigt, daß die Verwendung von bestimmten Homogenisatoren zu Dispersionen mit besonders vorteilhaften Eigenschaften führt.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Anmeldung betrifft daher ein Verfahren zur Herstellung der oben beschriebenen Dispersionen, wobei zunächst die Komponenten a) bis c) und die ggf. vorhandenen Hilfsstoffe in Wasser dispergiert werden und diese Rohdispersion anschließend mit einem dem Fachmann bekannten Hochdruckhomogenisator, wie er beispielsweise von der Firma APV Homogenisator GmbH, Lübeck, hergestellt wird, bei Drücken zwischen 10 und 600 bar homogenisiert wird. Besonders bevorzugt ist es in diesem Fall, die Homogenisierung bei Drücken zwischen 25 und 250 bar durchzuführen.

Wie bei der Verwendung von Hochdruckhomogenisatoren üblich, wird die Rohdispersion zunächst bei niedrigen Drücken, d.h. im Bereich von 10 bis 50 bar und anschließend bei höheren Drücken, oberhalb 50 bar, homogenisiert. Dabei kann es vorteilhaft sein, die Dispersionen mehrfach bei unterschiedlichen Drücken zu homogenisieren. Weiterhin ist es bevorzugt, die Homogenisierung bei Temperaturen zwischen 20 und 100 °C, vorzugsweise zwischen 25 und 70 °C, durchzuführen. In Abhängigkeit von den eingesetzten Hilfs- und Zusatzstoffen kann es daher auch bevorzugt sein, diese erst nach der Homogenisierung den Dispersionen zuzugeben.

Beispiele

[0033] Es wurden drei verschiedene Dispersionen hergestellt, indem zunächst der nichtionische Weichmacher mit dem kationischen Emulgator bei 70 °C geschmolzen wurde. Diese Schmelze wurde dann zu den restlichen Komponenten, die bei 70 °C in einem Rührkessel vorgelegt wurden, zugegeben und 15 Minuten gerührt. Die so erhaltene Rohdispersion wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und dann bei 40 °C mit Hilfe eines Hochdruckhomogenisators der Fa. APV Homogenisator GmbH, Lübeck, Modell LAB 60/60 einmal bei 50 bar und zweimal bei 200 bar homogenisiert. Der pH-Wert der Dispersion betrug 5.5.

Nur die erfindungsgemäße Dispersion 1 weist die gewünschte niedrige Viskosität auf, während die Vergleichsdispersionen 2 und 3 eine nicht mehr bestimmbar hohe Viskosität zeigten.

Die Zusammensetzung der Konzentrate 1 bis 3 ist Tabelle 1 zu entnehmen:

Tabelle 1 (Mengenangaben in Gew.-% Aktivsubstanz)

	1	2	3
Glycerin-di-C _{16/18} -Fettsäureester	9,7	10,6	12
Glycerin	4,8	2,7	2,5
Polyethylenglykol MG 400	0,5	0,5	0,5
Dehyquart Au 46	1,4	1,5	1,4
Stantex S 6030	0,9	1,8	1,6
Gewichtsverhältnis Weichmacher zu Glycerin	1,8 : 1	3,3 : 1	4,0 : 1
Viskosität [mPa s]**	12,5	n.b.*	n.b.*

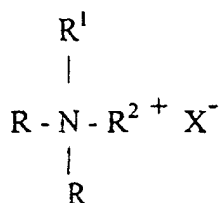
* nicht bestimmt, da Dispersion bei 40 °C nicht homogenisierbar

** Brookfield, Spindel 1, 20 °C, 20 U/min, Viskosimeter Typ RVF, Fa. Brookfield Eng. Ltd.

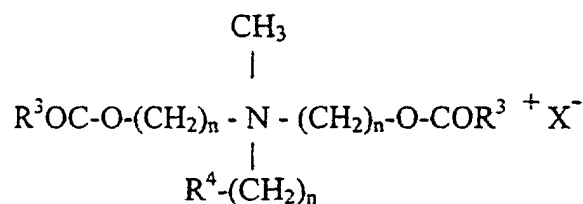
Dehyquart Au 46 Methyl-N,N-bis(acyloxyethyl)-N(2-hydroxyethyl)ammonium-
methosulfat (Fa. Henkel)
Stantex S 6030 ethoxyliertes Methyllaurat mit 12 Teile Ethylenoxid (Fa. Henkel)

Patentansprüche

- Konzentrierte, niedrigviskose, wässrige Dispersion zur weichmachenden Ausrüstung von Textilien oder Papier, die enthält
 - eine nichtionische Weichmacherkomponente, die aus Mono- oder Diestern des Glycerins mit C₈₋₂₂-Fettsäuren und Mischungen hiervon ausgewählt ist,
 - eine Polyolverbindung,
 - kationische und nichtionische Emulgatoren,
 - 70 bis 90 Gew.-% Wasser und ggf. weitere Hilfs- und Zusatzstoffe, wobei das Gewichtsverhältnis der Komponenten a) und b) zwischen 2,5 : 1 und 1 : 2,5 beträgt, **dadurch gekennzeichnet, daß** kationische Emulgatoren in Mengen zwischen 0,5 und 3,0 Gew.-% enthalten sind.
- Dispersion nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Dispersion eine Brookfield-Viskosität, gemessen bei 20 °C mit Spindel 1 bei 20 U/min, zwischen 1 und 100 mPa s und vorzugsweise zwischen 1 und 50 mPa s aufweisen.
- Dispersion nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Polyolverbindung ausgewählt ist aus Glycerin, Diethylenglykol, Polyethylenglykol oder 1,2-Propylenglykol und Mischungen hiervon.
- Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** als kationische Emulgatoren quaternäre Ammoniumverbindungen der Formeln (I) oder (II) enthalten sind



(I)



(II)

wobei R für einen acyclischen Alkylrest mit 12 bis 24 C-Atomen, R¹ für einen gesättigten C₁-C₄ Alkyl- oder Hydroxyalkylrest steht, R² entweder gleich R oder R¹ ist und COR³ für einen aliphatischen Acylrest mit 12 bis 22 C-Atomen mit 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen steht, sowie R⁴ gleich Wasserstoff oder OH bedeutet, wobei n den Wert 1, 2 oder 3 hat und X entweder ein Halogenid-, Methosulfat- oder Metaphosphation ist.

5. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** als nichtionische Emulgatoren alkoxylierte Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen, alkoxylierte Fettsäureester aus Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen mit Alkoholen mit 1 bis 10 C-Atomen und/oder alkoxylierte Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen enthalten sind, wobei die alkoxylierten Verbindungen HLB-Werte zwischen 3 und 20 aufweisen.
6. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die nichtionische Weichmacherkomponente a) in Mengen zwischen 1 und 14 Gew.-% und vorzugsweise in Mengen zwischen 5 und 10 Gew.-% enthalten ist.
7. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** der nichtionische Emulgator in Mengen von 0,1 bis 3,0 Gew.-% enthalten ist.
8. Dispersion nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Komponente b) eine Mischung aus Glycerin und Polyethylenglykol enthalten ist.
9. Dispersion nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Gewichtsverhältnis zwischen Glycerin und Polyethylenglykol zwischen 10 : 1 und 6 : 1 beträgt.
10. Verfahren zur Herstellung von Dispersionen gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Komponente a) bis c) und die ggf. vorhandenen Hilfsstoffe in Wasser dispergiert werden und diese Rohdispersion anschließend mit einem Hochdruckhomogenisator bei Drücken zwischen 10 und 600 bar homogenisiert wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Rohdispersion bei Drücken von 25 bis 250 bar homogenisiert wird.
12. Verwendung von Dispersionen gemäß Anspruch 1 zur weichmachenden Ausrüstung von Papier.
13. Verwendung von Dispersionen gemäß Anspruch 1 zur weichmachenden Ausrüstung von textilen Stückwaren.
14. Verwendung von Dispersionen gemäß Anspruch 1 als Weichspülmittel.

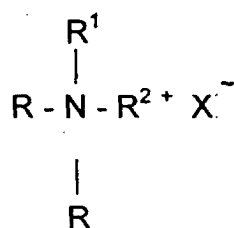
Claims

1. A concentrated low-viscosity aqueous dispersion for the softening of textiles and paper containing
 - a) a nonionic softener component selected from monoesters or diesters of glycerol with C₈₋₂₂ fatty acids and mixtures thereof,
 - b) a polyol compound,
 - c) cationic and nonionic emulsifiers,
 - d) 70 to 90% by weight water and optionally other auxiliaries and additives, the ratio by weight of component

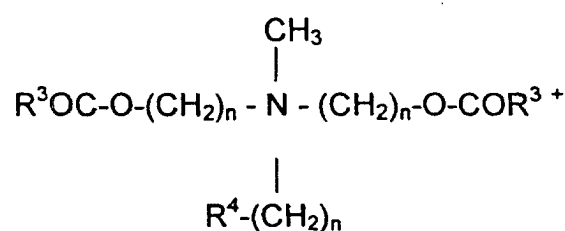
a) to component b) being from 2.5:1 to 1:2.5,

characterized in that cationic emulsifiers are present in quantities of 0.5 to 3.0% by weight.

2. A dispersion as claimed in claim 1, **characterized in that** it has a Brookfield viscosity, as measured at 20°C (spindle 1, 20 r.p.m.), in the range from 1 to 100 mPa·s and preferably in the range from 1 to 50 mPa·s.
3. A dispersion as claimed in claim 1 or 2, **characterized in that** the polyol compound is selected from glycerol, diethylene glycol, polyethylene glycol and 1,2-propylene glycol or mixtures thereof.
4. A dispersion as claimed in any of claims 1 to 3, **characterized in that** the cationic emulsifiers used are quaternary ammonium compounds corresponding to formulae (I) and (II):



(I)



(II)

in which R is an acyclic alkyl group containing 12 to 24 carbon atoms, R¹ is a saturated C₁₋₄ alkyl or hydroxyalkyl group, R² has the same meaning as R or R¹ and COR³ stands for an aliphatic acyl group containing 12 to 22 carbon atoms and 0, 1, 2 or 3 double bonds and R⁴ is hydrogen, or OH, n has a value of 1, 2 or 3 and X is a halide, methosulfate, methophosphate or phosphate ion.

5. A dispersion as claimed in any of claims 1 to 4, **characterized in that** the nonionic emulsifiers present are alkoxy-fatty acids containing 8 to 22 carbon atoms, alkoxy-fatty acid esters of fatty acids containing 8 to 22 carbon atoms with alcohols containing 1 to 10 carbon atoms and/or alkoxy-fatty alcohols containing 8 to 22 carbon atoms, the alkoxy-fatty compounds having HLB values of 3 to 20.
6. A dispersion as claimed in any of claims 1 to 5, **characterized in that** the nonionic softener component a) is present in quantities of 1 to 14% by weight and preferably in quantities of 5 to 10% by weight.
7. A dispersion as claimed in any of claims 1 to 6, **characterized in that** the nonionic emulsifier is present in quantities of 0.1 to 3.0% by weight.
8. A dispersion as claimed in any of claims 1 to 7, **characterized in that** a mixture of glycerol and polyethylene glycol is present as component b).
9. A dispersion as claimed in claim 8, **characterized in that** the ratio by weight of glycerol to polyethylene glycol is between 10:1 and 6:1.
10. A process for the production of the dispersions claimed in claim 1, **characterized in that** components a) to c) and the auxiliaries present, if any, are dispersed in water and the crude dispersion obtained is subsequently homogenized under pressures of 10 to 600 bar in a high-pressure homogenizer.
11. A process as claimed in claim 10, **characterized in that** the crude dispersion is homogenized under pressures of 25 to 250 bar.
12. The use of the dispersions claimed in claim 1 for the softening of paper.
13. The use of the dispersions claimed in claim 1 for the softening of textile piece goods.

14. The use of the dispersions claimed in claim 1 as fabric softeners.

Revendications

1. Dispersion aqueuse, concentrée, peu visqueuse pour l'apprêtage assouplissant de textiles ou de papiers, qui renferme

- a) un composant d'assouplissant non ionique qui est choisi parmi les mono- et les diesters du glycérol avec des acides gras en C₈-C₂₂ et les mélanges de ceux-ci,
- b) un composé polyol,
- c) des agents émulsionnants cationiques et non ioniques,
- d) de 70 à 90 % en poids d'eau et le cas échéant d'autres adjuvants et additifs, avec un rapport pondéral des composants a) et b) compris entre 2,5 : 1 et 1 : 2,5,

caractérisée en ce que

les agents émulsionnants cationiques sont présents en quantités comprises entre 0,5 et 3,0 % en poids.

2. Dispersion selon la revendication 1,

caractérisée en ce que

les dispersions possèdent une viscosité selon Brookfield mesurée à 20°C avec une tige (1) à 20 t/min, comprise entre 1 et 100 mPas et de préférence entre 1 et 50 mPas.

3. Dispersion selon l'une des revendications 1 ou 2,

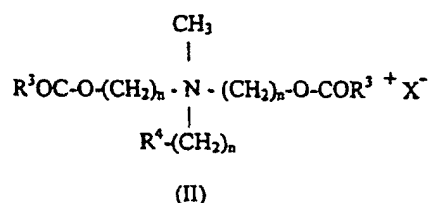
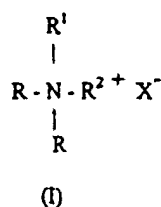
caractérisée en ce que

le composé polyol est choisi parmi le glycérol, le diéthylèneglycol, le polyéthylèneglycol et le 1,2-propylèneglycol et des mélanges de ceux-ci.

4. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 3,

caractérisée en ce que

comme agents émulsionnants cationiques sont des composés d'ammonium quaternaires de formule (I) ou (II)



dans laquelle R représente un reste alkyle acyclique ayant de 12 à 24 atomes de carbone, R¹ représente un reste alkyle saturé en C₁ à C₄ ou un reste hydroxyalkyle, R² est identique soit à R soit à R¹, et COR³ représente un reste acyle aliphatique ayant de 12 à 22 atomes de carbone comportant 0, 1, 2 ou 3 double-liaisons, ainsi que R⁴ est de l'hydrogène ou signifie OH, avec n valant 1, 2 ou 3 et X est un ion soit halogénure, soit méthosulfate ou métaphosphate.

5. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 4,

caractérisée en ce que

les agents émulsionnants non ioniques sont des acides gras alkoxylysés ayant de 8 à 22 atomes de carbone, des esters d'acide gras alkoxylysés à base d'acides gras ayant de 8 à 22 atomes de carbone avec des alcools ayant de 1 à 10 atomes de carbone et/ou des alcools gras alkoxylysés ayant de 8 à 22 atomes de carbone, les composés alkoxylysés possédant des valeurs de HLB comprises entre 3 et 20.

6. Dispersion selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,

caractérisée en ce que

le composant d'assouplissement a) est présent en quantités comprises entre 1 et 14 % en poids et de préférence

en quantités comprises entre 5 et 10 % en poids.

7. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 6,

caractérisée en ce que

l'agent émulsionnant non ionique est présent en quantités allant de 0,1 à 3,0 % en poids.

8. Dispersion selon l'une des revendications 1 à 7,

caractérisée en ce que

le composant b) est un mélange à base de glycérol et de polyéthylèneglycol.

9. Dispersion selon la revendication 8,

caractérisée en ce que

le rapport pondéral entre le glycérol et le polyéthylèneglycol est compris entre 10:1 et 6:1.

10. Procédé de préparation de dispersions conformes à la revendication 1,

caractérisé en ce que

les composants a à c) et les adjuvants éventuellement présents sont dispersés dans l'eau, et on homogénéise cette dispersion brute ensuite avec un homogénéiseur sous haute pression à des pressions comprises entre 10 et 600 bars.

11. Procédé selon la revendication 10,

caractérisé en ce qu'

on homogénéise la dispersion brute à des pressions entre 25 et 250 bars.

12. Utilisation des dispersions conformes à la revendication 1,

en vue du raffinage assouplissant du papier.

13. Utilisation des dispersions conformes à la revendication 1,

en vue de l'apprêtage assouplissant d'articles textiles en morceaux.

14. Utilisation des dispersions conformes à la revendication 1,

en tant que produit de rinçage assouplissant.