

Eljárás textillágyító készítmények stabilizálására*viszkozitás, és a textillágyító készítmény***KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

A2

Kivonat

[A találmány tárgya eljárás kationos textillágyító szert és parfümöt tartalmazó textillágyító készítmények viszkozitásának stabilizálására, valamint az eljárással előállított textillágyító készítmények.]

egy parfüm komponens

A találmány szerinti koncentrált textillágyító készítmény egy vagy több kationos felületaktív anyaggal emulgeált 3,5-15 tömeg% szilikont tartalmaz makroemulzió formájában, ahol a szilikon viszkozitása 0,01-0,4 m²/s, és/vagy az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm, de legfeljebb 25 µm.

81

02/05/24

1074 kor
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY A2

Eljárás textillágyító készítmények stabilizálására és a
textillágyító készítmény viszkozitásának

A találmány tárgya eljárás kationos textillágyító szert és parfümöt tartalmazó textillágyító készítmények viszkozitásának stabilizálására.

A textillágyító készítmények, elsősorban az öblítő vízhez hozzáadva alkalmazható textillágyító készítmények jól ismert termékek. Ezek a készítmények tipikusan egy kationos textillágyító szert és egy parfümöt tartalmaznak. Az ilyen készítmények azonban a tárolás során viszkozitás-stabilitási problémáknak vannak kitéve. Ez különösen a szoba- vagy az e feletti hőmérsékleten tárolt termékekre igaz. Ezek a készítmények a tárolás során fizikai stabilitási problémákkal is küzdenek, és ez gyakran viszkozitás-stabilitási problémákkal társul.

Ez különösen a viszonylag nagy mennyiségű, például 8 tömeg% vagy ennél több textillágyító hatóanyagot és parfümöt tartalmazó készítmények esetén tapasztalható.

A textília mosásának öblítő és szárító fázisában bekövetkező gyűrődésének csökkentésére a készítményekhez közismerten egy vagy több további adalékanyagot, például szilikonokat társítanak.

Így például a WO-A-96/15309 számú szabadalmi iratban erre a célra szilikon és filmképző polimer kombináció alkalmazását ismertetik.

Erre a célra tipikusan jól alkalmazhatók a poli(diorgano-sziloxánok).

A korábban ismert készítményekhez olyan mikroemulzió formájú emulzióként társítják a szilikonokat, amelynek eredményeként a szilikon a látható fény hullámhossztartományánál kisebb cseppméretű folyékony cseppecskék formájában van jelen, és így az emulzió lényegében átlátszó. Némely esetben azonban a készítmények makroemulzió formájúak (lásd: például a WO-A-97/31997 és WO-A-97/31998 számú szabadalmi iratokat). Az emulgeálás előtt a szilikonok viszkozítása

viszonylag alacsony, mert a nagyobb viszkozitású anyagokat a gyártás során nehéz kezelni, és kevésbé mutatnak gyűrődésgátló hatást. A WO-A-95/24460 számú szabadalmi iratban egy olyan textillágyító készítményt ismertetnek, amely körülbelül 0,2-20 tömeg% 0,002-0,005 m²/s viszkozitású poli(dimetil-sziloxán)-t tartalmaz.

A WO-A1-00/718 számon publikált függő szabadalmi bejelentésünkben olyan textillágyító készítményt ismertetünk, amely egy kationos textillágyító szert és egy, az emulgeálás előtt 0,01-1,0 m²/s viszkozitású, makroemulzió formában emulgeált szilikont tartalmaz, és/vagy az emulzióban lévő emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm. Az emulgeálást egy vagy több kationos felületaktív anyag emulgeálószerrel végezzük.

A fenti szabadalmi iratban azonban nem ismertetjük, hogy emelt tárolási hőmérsékleten hogyan stabilizáljuk a kationos textillágyító szert és parfümöt tartalmazó textillágyító készítmény viszkozitását.

A találmány célja a szobahőmérsékletnél nagyobb, elsősorban 25 °C, de kisebb, mint 40 °C közötti hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmények viszkozitás-stabilitási problémáinak megoldása.

Munkánk során most azt tapasztaltuk, hogy a szobahőmérsékletnél nagyobb hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmények viszkozitás-stabilitása meglepően jól alakul, ha olyan koncentrált textillágyító készítményt állítunk elő, amely egy vagy több kationos felületaktív anyaggal emulgeált 3,5-15 tömeg% szilikont tartalmaz makroemulzió formájában, ahol szilikon viszkozitása 0,01-0,4 m²/s, és/vagy az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm.

A leírásban alkalmazott „emulgeált szilikon emulzió” kifejezést olyan emulziós szilikon termékre értjük, amely az emulgeált szilikont tartalmazza. Az „emulgeált szilikon” kifejezésen a textillágyító készítményhez hozzáadott emulziós termékben lévő emulgeált szilikont

értjük.

A találmány ismertetése

A találmány első tárgya a fentieknek megfelelően eljárás (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer és (b) parfümöt tartalmazó, 25 °C-on vagy ennél nagyobb, de 40 °C-nál kisebb hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmény viszkozitás-stabilitásának javítására, amelyben a készítményhez teljes tömegére számítva 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikont társítunk, ahol a szilikont egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel emulgeáljuk, és így makroemulziót alakítunk ki, és ahol a szilikon viszkozitása az emulgeálás előtt 0,01-0,4 m²/s, előnyösen 0,02-0,35 m²/s, még előnyösebben 0,025-0,25 m²/s..

A találmány második tárgya eljárás (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer és (b) parfümöt tartalmazó, 25 °C-on vagy ennél nagyobb, de 40 °C-nál kisebb hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmény viszkozitás-stabilitásának javítására, amelyben a készítményhez teljes tömegére számítva 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikont társítunk, ahol az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm, előnyösen legalább 0,25 µm, még előnyösebben legalább 0,39 µm, de szintén előnyösen legfeljebb 25 µm, és a szilikon emulgálását egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel végezzük.

A találmány harmadik tárgya olyan textillágyító készítmény, amelynek összetétele a következő:

- (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer;
- (b) parfüm; és
- (c) 3,5-15 tömeg%, amely emulgeált szilikont tartalmazó makroemulzió, amely egy vagy több kationos felületaktív anyaggal van emulgeálva;

ahol a szilikon viszkozitása az emulgeálás előtt 0,01-0,4 m²/s, előnyösen

0,02-0,35 m²/s, még előnyösebben 0,025-0,25 m²/s.

A találmány negyedik tárgya olyan textillágyító készítmény, amelynek összetétele a következő:

- (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer;
- (b) parfüm; és
- (c) 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikon, amely egy vagy több kationos felületaktív anyaggal van emulgeálva;

és az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm, előnyösen legalább 0,25 µm, még előnyösebben legalább 0,39 µm de szintén előnyösen legfeljebb 25 µm.

A találmány szerinti eljárás adott esetben egyaránt magában foglalja a találmány első és második tárgyát képező eljárásokat, illetve a találmány harmadik és negyedik tárgyát képező készítményeket.

Megjegyezzük, hogy az emulgeált szilikon kifejezésen azt értjük, hogy a szilikon a textillágyító készítményekhez való társítás előtt emulzió formájú, de a késztermékben nem szükségszerűen marad ebben a formában.

A kationos textillágyító szer egy vagy több kationos textillágyító szert tartalmaz, és az emulgeált szilikon egy vagy több egyedi szilikon anyagból állhat.

A találmány részletes ismertetése

Az eljárás

A találmány szerinti eljárással olyan textillágyító készítményt állítunk elő 3,5-15 tömeg% későbbiekben ismertetésre kerülő emulgeált szilikon hozzáadásával, amely emelt hőmérsékleten, például 25 °C-on vagy ennél nagyobb, elsősorban 25 °C-on vagy ennél nagyobb, de 40 °C-nál kisebb hőmérsékleten való tárolás során, például 37 °C-on javított stabilitást mutat.

Az emulgeált szilikonnak a textillágyító készítményhez való

hozzáadását a készítmény előállításakor során bármilyen megfelelő időben végezhetjük. Az emulgeált szilikont utólag is hozzáadhatjuk a kationos textillágyító szer és parfümöt tartalmazó textillágyító készítményhez. A hozzáadást végezhetjük például a készítmény formálása után, amint azt a következőkben ismertetésre kerülő példákban bemutatjuk. Úgy is eljárhatunk, hogy az emulgeált szilikont hozzáadjuk a kationos textillágyító szerhez, majd a kapott elegyhez hozzáadjuk a parfümöt; vagy a parfümöt és a lágyító szer adjuk az emulgeált szilikonhoz.

Az eljárással olyan kationos felületaktív anyagot és parfümöt tartalmazó textillágyító készítményt állítunk elő, amelynek viszkozitása 37 °C-on, 43 napig vagy ennél hosszabb ideig, előnyösen 56 napig vagy ennél hosszabb ideig végzett tárolás során stabil. Például a viszkozitás a kezdeti viszkozitáshoz képest nem nő vagy csökken 3-szorosára, előnyösen legfeljebb 2,5-szeresére, például legfeljebb 2-szeresére.

Kationos textillágyító szerek

A kationos textillágyító szer előnyösen egy kvaterner ammóniumvegyület vagy egy legalább egy észtercsoportot tartalmazó kvaterner ammóniumvegyület. Ez utóbbiakat a leírásban észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyületeknek nevezzük. A találmány céljaira a nem észtercsoporttal kapcsolt és az észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyületek egyaránt alkalmazhatók.

A leírásban alkalmazott észtercsoport kifejezésen olyan észtercsoportot értünk, amely egy kvaterner ammóniumvegyületben alkalmazva a molekula kapcsolócsoportját alkotja.

Az észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyület előnyösen két vagy több észtercsoportot tartalmaz. A monoészter- és a diésztercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyületekben az észtercsoport(ok) előnyösen a nitrogénatom és egy alkilcsoport között egy kapcsolócsoportot vagy csoportokat alkotnak. Az észtercsoport(ok)

előnyösen egy másik szénhidrogéncsoporton keresztül kapcsolódnak a nitrogénatomhoz.

A kvaterner ammóniumvegyületek előnyösen legalább egy, még inkább legalább két észtercsoportot tartalmaznak, ahol legalább egy észtercsoportot tartalmazó legalább egy nagyobb molekulatömegű csoport és két vagy három kisebb molekulatömegű csoport egy közös nitrogénatomhoz kapcsolódik, és így egy kationt képez; az elektromosan kiegyenlítő anion egy halogén-, acetát- vagy rövidebb láncú alkoszulfát-ion, például klorid- vagy metoszulfátion.

A nitrogénatomon lévő nagyobb molekulatömegű helyettesítő csoport előnyösen egy hosszabb láncú, így például 12-28 szénatomos, előnyösen 12-22 szénatomos alkilcsoport, például 12-20 szénatomos alkilcsoport, például kókuszalkil-, faggyúalkil-, hidrogénezett faggyúalkilcsoport, vagy helyettesített hosszabb láncú alkilcsoport, ahol a kisebb molekulatömegű helyettesítő csoportok előnyösen 1-4 szénatomos alkilcsoportok, például metil- vagy etilcsoport vagy helyettesített rövidebb szénláncú alkilcsoportok. Az említett kisebb molekulatömegű helyettesítő csoportok tartalmazhatnak arilcsoportot, vagy lehet egy arilcsoport maga, mint például benzil-, fenilcsoport vagy egyéb megfelelő helyettesítő csoport.

A kvaterner ammóniumvegyületek előnyösen olyan vegyületek, amelyek egy kvaterner ammónium-főcsoportoz legalább egy, előnyösen két észtercsoporton keresztül kapcsolódva két 12-22 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoportot tartalmaznak; vagy az olyan vegyületek, amelyek csak egyetlen, átlagban 20 szénatomos vagy ennél hosszabb láncot tartalmaznak.

A találmány szerinti kvaterner ammóniumvegyületek még előnyösebben két, egyenként átlagosan 14 szénatomos vagy ennél hosszabb hosszú láncú alkil- vagy alkenilcsoportot tartalmaznak. Az

átlagos lánc hosszúsága még inkább 16 vagy ennél több szénatom. A legelőnyösebben a hosszú láncú alkil- vagy alkenilcsoportok legalább 50 %-ának lánc hosszúsága 18 szénatom.

A hosszú láncú alkil- vagy alkenilcsoportok előnyösen többnyire lineárisak.

A találmány céljaira különösen előnyösen alkalmazható észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyületek az (A) általános képletű vegyületek, amelyekben R^1 , R^2 és X^- jelentése és n értéke az alábbiakban meghatározott.

Ezek közül a vegyületek közül előnyösen alkalmazható az 1,2-bisz[keményített faggyúalkil-karbonil-oxi]-3-trimetil-ammónium-propán-klorid, amelynek előállítását például az US 4 137 180 számú szabadalmi iratban ismertetik. Ezek az anyagok előnyösen kis mennyiségű megfelelő monoésztert tartalmaznak, amint azt a fenti szabadalmi iratban ismertetik. Ilyen vegyület az 1-(keményített faggyúalkil-karbonil-oxi)-2-hidroxi-3-trimetilammónium-propán-klorid.

A találmány szerinti készítményekben előnyösen alkalmazható másik észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyületek a (B) általános képletű vegyületek, amelyekben

R^1 jelentései egymástól függetlenül 1-4 szénatomos alkil- vagy hidroxialkil-csoport vagy 2-4 szénatomos alkenilcsoport;

R^2 jelentései egymástól függetlenül 8-28 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport;

és X^- jelentése egy megfelelő ellenion, például halogenid-, acetát- vagy rövidebb láncú alkoszulfátion, például klorid- vagy metoszulfát-ion;

T jelentése -O-(CO)- vagy -C(O)-O-csoport; és

n értéke 0 vagy 1-5 egész szám.

Különösen előnyös, ha az R^1 jelentései egymástól függetlenül metilcsoport, és az n értékei egymástól függetlenül 2.

A találmány szerinti készítményekben legelőnyösebben alkalmazható (B) általános képletű anyag a di(faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid (Hoechst gyártmány), de előnyösen alkalmazható a di(keményített faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid (Hoechst gyártmány) és a di(faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-metil-hidroxi-etil-metoszulfát is.

A kationos kvaterner ammónium textillágyító szerek egy másik csoportját alkotják a (C) általános képletű vegyületek, amelyekben R^1 , R^2 és X^- jelentése azonos a fentiekben meghatározottakkal.

Ezek közül az egyik előnyösen alkalmazható (C) általános képletű vegyület a di(keményített faggyúalkil)-dimetil-ammónium-klorid (Arquad 2HT kereskedelmi néven forgalmazott termék).

Környezetvédelmi okokból a kvaterner ammóniumvegyület előnyösen egy biológiailag lebomló anyag.

Az adott esetben alkalmazott észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyület - amint az ismeretes - további adott esetben alkalmazott komponenseket is, elsősorban kis molekulatömegű oldószereket, mint például izopropanolt és/vagy etanolt és társ-hatóanyagokat, mint például nemionos lágyítókat, például zsírsavat és szorbitán-észtert is tartalmazhat.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazott textillágyító szerek mennyisége a készítmény teljes tömegére számítva összesen 8-50 tömeg%, előnyösen 10-35 tömeg%, még előnyösebben 12-30 tömeg%, mint például 12-20 tömeg%. Bizonyos esetekben – ha a textillágyító szerek a tárolás során szintén viszkozitás-instabilitási problémákat mutatnak – mennyiségük 3-8 tömeg%. Azonban az ilyen hígabb készítmények kevésbé hajlamosak a viszkozitás-instabilitásra.

Parfüm

A találmány szerinti textillágyító készítmények tipikusan 0,25-2,5

tömeg%, előnyösen 0,27-2 tömeg%, például 0,3-1,5 tömeg% parfümöt tartalmaznak.

A készítmények egy vagy több parfümkomponenst tartalmazhatnak.

A találmány céljaira alkalmas parfümkomponens lehet lipofób vagy lipofil természetű. A lipofil parfümkomponens vízben való oldhatósága 20 °C-on 1 g/100 ml víz vagy ennél kisebb (azaz kisebb mértékben oldódik). A vízben való oldhatóság 20 °C-on előnyösen 0,5 g vagy ennél kisebb, előnyösen 0,3 g/100 ml víz vagy ennél kisebb. Az ilyen parfümöket vízben oldhatatlan parfümöknek nevezzük.

Parfümkomponensként a textillágyító készítményekben szokásosan alkalmazott bármilyen parfümöt alkalmazhatunk. Így a parfüm előnyösen a textillágyító készítményekben tipikusan kompatibilis, de néhány kereskedelmi forgalomban lévő parfüm kompatibilitása nem megfelelő. A parfümök általában poláros vegyületek. Jellemző képviselőik a Givaudon-Roure gyártmányú, úgynevezett „Softline and Euroglide” parfümök.

A parfümök nagyszámú adalékanyagból állnak. Ezek lehetnek természetes anyagok vagy extraktumok, például esszenciális olajok, vízmentes anyagok, gyantaszerű anyagok, gyanták, valamint szintetikus parfümkomponensek, például szénhidrogének, alkoholok, aldehidek, ketonok, éterek, savak, észterek, acetálok, ketálok, nitrilek és fenolok, ezeken belül telített és telítetlen, alifás, aliciklikus, heterociklikus és aromás vegyületek. Jellemző képviselőiket a következő irodalmi helyen ismertetik: „Parfume and Flavour Chemicals”, Steffen Arctander (Library of Congress catalogue card no. 75-91398).

A találmány szerinti készítményekben minden olyan parfümöt alkalmazhatunk, amely a találmány szerinti készítményekben alkalmazott kationos textillágyító szerekkel kompatibilis.

A találmány szerinti készítmények egynél több parfümöt tartalmazhatnak.

Emulgeált szilikon

Az emulgeált szilikont egy vagy több kationos felületaktív anyaggal emulgeáljuk. Az „emulgeált szilikon” kifejezést az aktív szilikonra alkalmazzuk.

A találmány első és harmadik tárgyát képező készítményekben az emulgeált szilikont úgy állítjuk elő, hogy a szilikoncseppeket makroemulzió formában társítjuk. Ez azt jelenti, hogy a cseppek a látható fény hullámhossztartományában átlagos vagy akár ennél nagyobb méretet mutatnak. Az emulzió tipikusan egy olaj-a-vízben (azaz szilikon-a-vízben) emulzió. A átlagos méret a számszerinti átlagos méretet jelenti. A látható tartomány 0,39-0,77 μm .

Az emulzióban szilikoncseppek átlagos mérete előnyösen 0,39-25 μm . A találmány második és negyedik tárgyát képező készítményben az emulzióban lévő szilikoncseppek átlagos mérete előnyösen legalább 0,25 μm . A cseppméret meghatározását egy Malvern X Mastersizer típusú berendezéssel medián DV05 mérési eljárással végezzük.

A szilikon bármilyen olyan szerkezetű anyag lehet, amely lehetővé teszi, hogy a kationos textillágyító szerből és parfümből álló kationos textillágyítót tartalmazó textillágyító készítmény kívánt viszkozitását elérjük. Az ilyen szilikon előnyösen lineáris szerkezetű, funkciós csoport nélküli, elsősorban nem amin-funkciós vegyület. A szilikonok tipikusan olyan $\text{R}_a\text{SiO}_{(4-a)/2}$ általános képletű sziloxánok, amelyekben R jelentései egymástól függetlenül szénhidrogén- vagy hidroxilcsoport; a értéke 0-3, és ömledék anyagban átlagosan 1,85-2,2.

A szilikon legelőnyösebb képviselője olyan poli-di(1-6 szénatomos alkil)-sziloxán (előnyösen poli-dimetil-sziloxán), amely tri(1-6 szénatomos alkil)-szilil-csoporttal (például trimetil-szilil-csoporttal) vagy hidrox-di(1-6-alkil)-szilil-csoporttal (például hidrox-dimetil-szilil-csoporttal) vagy mindkettővel záródik.

Természetesen a találmány első és második tárgyát képező eljárásban és készítményekben, valamint a találmány második és negyedik tárgyát képező eljárásban és készítményekben a szilikon viszkozitása (Brookfield RV4 viszkoziméterrel, 20 °C-on mérve) az emulgeálás előtt 0,01-0,4 m²/s, előnyösen 0,02-0,35 m²/s, még előnyösebben 0,025-0,25 m²/s.

Az emulgeálás kivitelezését a találmány mindegyik változatában egy vagy több kationos felületaktív anyag alkalmazásával végezzük. A kationos felületaktív anyag kation része előnyösen olyan alkil-tri-metil-ammónium-metoszulfát és származékai, amelyben a nitrogénatomon lévő legalább két metilcsoportot (poli)alkoxilezett csoport helyettesít. A kationos felületaktív anyagban bármilyen megfelelő elleniont alkalmazhatunk. Ezek közé tartoznak előnyösen a halogenidek (elsősorban a kloridok), metoszulfát, etoszulfát, tozilát, foszfát és nitrát. Feltételezésünk szerint a textillágyító készítmény alkalmazásakor a kationos emulgeálószer is javítja a szilikon lerakódását.

A textillágyító készítményben alkalmazott emulgeált szilikon mennyisége (100 % aktív szilikon-vegyületként) a készítmény teljes tömegére számítva (a szilikon emulziót tartalmazó emulziós termékkel együtt) 3,5-15 tömeg%, előnyösen 3,75-12 tömeg%, még előnyösebben 4-10 tömeg% és a legelőnyösebben 4,5-10 tömeg%.

Alkalmazhatunk egy vagy több kationos felületaktív anyagot és egy vagy több nemionos felületaktív anyagot tartalmazó elegyet is.

Az emulgeáló kationos felületaktív anyag(ok) összes mennyisége az emulzió tömegére számítva 0,5-20 tömeg%, előnyösen 2-12 tömeg% és még inkább 3-10 tömeg%.

Az emulzióban lévő szilikon összes mennyisége általában az emulzió tömegére számítva 70 tömeg%-ig terjed.

A szilikon tömegaránya az összes emulgeáló kationos felületaktív

anyag(ok)hoz viszonyítva (2,3:1)-(120:1), előnyösen (3:1)-(120:1), például (3:1)-(30:1).

Az emulzióban alkalmazott tipikus kationos felületaktív anyagok az alkil-trimetil-ammónium-metoszulfátok és kloridok, valamint az alkil-etoxil-alkil-ammónium-metoszulfátok és kloridok. Ezek jellemző képviselői közé tartozik a cetil-trimetil-ammónium-klorid és kókusz-pentaetoxi-metil-ammónium-metoszulfát és az olyan származékaik, amelyekben a nitrogénatomon lévő legalább két metilcsoport (poli)alkoxilezett csoportokkal helyettesített.

A késztermékben az összes textillágyító szer összes szilikonhoz viszonyított tömegaránya előnyösen (2,5:1)-(10:1), még előnyösebben (3:1)-(8,5:1) és még inkább (3:1)-(7:1).

Adott esetben alkalmazott adalékanyagok

A textillágyító készítmények adott esetben egy vagy több nemionos felületaktív anyagot is tartalmazhatnak.

Megfelelően alkalmazható nemionos anyagok a következő vegyületek: 8-30 szénatomos primer vagy szekunder lineáris vagy elágazó alkoholok, előnyösen 10-22 szénatomos alkoholok 4 vagy több mol, előnyösen 4-25 mol, még előnyösebben 10-25 mol, például 15-20 mol alkilén-oxiddal alkotott kondenzációs termékei. Az előnyös alkilén-oxid az etilén-oxid. Az alkoholok lehetnek telített vagy telítetlen vegyületek. Az alkoxilát propoxilát-csoport is lehet, vagy ilyen csoportot is tartalmazhat. Jellemző képviselőik a következők: kókusz 5 EO, kókusz 20 EO, lauril 4 EO és lauril 23 EO.

A megfelelően alkalmazható alkohol-etoxilátok közé tartoznak a kókusz-zsíralkoholok 15-20 mol etilén-oxiddal alkotott kondenzációs termékei, például a kókusz 20 etoxilát, valamint a faggyú-alkohol 10-20 mol etilén-oxiddal alkotott kondenzációs termékei, például a faggyú 15 etoxilát.

A megfelelően alkalmazható nemionos felületaktív anyagok közé tartoznak a következők: a Hoechst gyártmányú Genapol T-110, Genapol T-150, Genapol T-200 és Genapol C-200 kereskedelmi nevű termékek; a BASF gyártmányú Lutensol AT18 kereskedelmi nevű termék; és a Hoechst gyártmányú Genapol 0-100 és Genapol 0-150 kereskedelmi nevű termékek.

A találmány szerinti készítményben lévő nemionos felületaktív anyagok mennyisége – ha alkalmazzuk azokat – előnyösen 0,01-5 tömeg%, még előnyösebben 0,2-3 tömeg%, a legelőnyösebben 0,5-2 tömeg%, például 0,55-1 tömeg%.

A textillágyító készítmények adott esetben egy vagy több zsíralkoholt is tartalmazhatnak.

A megfelelően alkalmazható zsíralkoholok közé tartoznak a körülbelül 10-40 szénatomos zsíralkoholok. Ezek még előnyösebben egyenes vagy elágazó láncú, körülbelül 10-24 szénatomos, előnyösen körülbelül 12-20 szénatomos alkenilcsoportot tartalmazó zsíralkoholok. Jellemző képviselőik a következő zsíralkoholok: dekanol, dodekanol, tetradekanol, pentadekanol, hexadekanol, oktadekanol és ezek elegyei.

A fentieken túlmenően a zsíralkohol lehet természetes vagy szintetikus eredetű, és lehet vegyes alkoholelegy, például Ziegler-féle etilén polimerizálással vagy zsírsavredukálással előállított 16-18 szénatomos zsíralkohol-elegy.

A zsíralkohol mennyisége – ha alkalmazzuk – a textillágyító készítmény teljes tömegére számítva előnyösen 0,1-0,5 tömeg% és a legelőnyösebben 0,2-3 tömeg%, például 0,5-1 tömeg%.

Az alkalmazott nemionos felületaktív anyag és zsíralkohol mennyiségét a szilikonemulziót is tartalmazó textillágyító készítmény teljes tömegére számítva adjuk meg.

A készítmények adott esetben egy vagy több következők közül

választott egyéb adalékanyagot is tartalmazhatnak: elektrolitok, nemvizes oldószerek, pH-pufferező szerek, parfümhordozók, fluoreshkálószerk, színezékek, hidrotópok, habzásgátlók, újraüledés gátló szerek, polimer és egyéb sűrítőszerk, enzimek, optikai élénkítőszerk, opálósítószerk, zsugorodásgátló szerek, kiegészítő gyűrődésgátló szerek, foltosodásgátló szerek, germicidek, fungicidek, antioxidánsok, korróziógátlók, kárpitjavító szerek, antisztatizáló szerek, napvédő szerek, színvédő szerek és vasalást segítő szerek.

A termék formája lehet folyadék vagy gél, még jellemzőbben vizes folyadék. A folyékony termékekben – kívánt esetben – viszkozitás-szabályozó szer is alkalmazhatunk. A találmány szerinti eljárásban és készítményekben azonban nem mindig szükséges az ilyen viszkozitás-szabályozó szerek alkalmazása. Minden olyan viszkozitás-szabályozó szer alkalmazhatunk, amelyeket az öblítő-kondicionáló szerek szokásosan tartalmaznak. Ilyen anyagok például a biológiai polimerek, például xantángumi (Rhône-Poulenc gyártmányú, Kelsan és Rhodopol kereskedelmi nevű termékek). Viskozitás-szabályozó szerként szintetikus polimereket, például poliakrilsavat, poli(vinil-pirrolidon)-t, polietilént, poli(etilén-glikol)-okat és cellulóزالapú sűrítőszerket, például hosszú láncú helyettesítő csoportokkal módosított hidroxietil-cellulózt is alkalmazhatunk. Viskozitásmódosító szerként alkalmazhatók a szétkapcsoló és deflokkuláló polimerek is.

A találmány szerinti készítmények előnyösen lényegében nem tartalmaznak fehérítő szer.

Feltételezzük, hogy a textillágyító készítmény alkalmazása során a kationos emulgeálószerk is javítják a szilikon lerakódását.

Termékforma

Előnyös, ha maga a késztermék olyan vizes emulzió - előnyösen makroemulzió és nem mikroemulzió - amely szuszpendált textillágyítót és

emulgeált szilikoncseppeket tartalmaz.

Példák

Szilikonemulzió előállítás

Vizes makroemulzió formájában előállítunk egy $0,06 \text{ m}^2/\text{s}$ viszkozitású hidroxil-zárócsoportos poli(dimetil-sziloxán)-t (PDMS), amelynek összetétele a következő:

Komponens	[tömeg%]
PDMS	60,0
CTAC (1)	3,5
COCOPEMAMS (2)	1,9
Víz, ecetsav, habzásgátló	kiegészítés 100 %-ra
(1) cetil-trimetil-ammónium-klorid	
(2) kókusz-pentaetoxi-metil-ammónium-metoszulfát	

Az emulzióban lévő emulgeált szilikonrészecske mérete körülbelül $0,5 \mu\text{m}$.

1. példa

A fentieknek megfelelően előállított emulziót az 1. példa szerinti textillágyító készítményhez társítjuk.

A 1. példa szerinti készítmény összetétele a következő (a mennyiségeket a készítmény teljes tömegére számított tömeg%-ban adjuk meg):

Komponens	kontroll	A	B	C	D	E
<u>Textillágyító</u>						
<u>készítmény</u>						
Kationos lágyítószer (3)	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
Kókusz 20 EO nemionos	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Faggyúalkohol	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Szilikon habzásgátló (5)	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Proxel GXL (4)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Gyöngyházfény (csillám)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Színezék (6)	← 0,0015 →					
Parfüm	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
Emulzió (7)	0	1,66	3,33	5,00	6,66	8,33
Szilikon PDMS	0	1	2	3	4	5
CTAC	0	0,058	0,116	0,175	0,23	0,29
COCOPEMAMS	0	0,031	0,063	0,095	0,126	0,158
Víz	← kiegészítés 100 %-a →					
(3) 6:1 tömegarányban 1,2-bisz[keményített faggyúalkil-oxi]-3-trimetil- -ammónium-propán-klorid és szabad zsírsav;						
(4) konzerváló szer;						
(5) 30 tömeg% hatóanyag;						
(6) 1 tömeg% hatóanyag; és						
(7) az emulzió az emulgeált szilikont tartalmazó emulziós termék.						

Az A, B és C készítmények összehasonlító példák.

A példákban zárójelben megadott mennyiségek a hozzáadott szilikon emulziós termék (amely az emulgeált szilikont tartalmazza) mennyiségét jelentik. Az ehhez hozzáadott szilikon és egyéb anyagok mennyiségét külön felsoroljuk.

Az 1. példa szerinti készítményeket úgy állítjuk elő, hogy a kationos lágyítószer, a kókusz 20EO és faggyúalkohol 80 °C-on való együttes megolvasztásával egy premixet készítünk. A vizet, Proxel-t és habzásgátlót egy edényben keringetéssel 55 °C-ra melegítjük. Az olvadt premixet keverés közben, 5 perc alatt beadagoljuk az edénybe. A készítményt melegen további 12 percig keverjük. A készítményt keringetjük, keverjük és 36 perc alatt 30 °C-ra hűtjük. A parfümöt 50 °C-on adjuk a készítményhez. A színezék oldatot 30 °C-on adjuk a készítményhez, és tovább keverjük 12 órán át. A készítményhez hozzáadjuk a szilikonemulziót, és a készítményt 10 percen át keringetéssel keverjük.

2. példa

Vizes makroemulzió formájában előállítunk egy 0,3 m²/s viszkozitású PDMS készítményt, amelynek összetétele a következő:

Komponens	[tömeg%]
PDMS	60,0
COCOTMAMS (1)	3,5
COCOPEMAMS (2)	1,9
Víz, konzerváló szer, habzásgátló	kiegészítés 100 %-ra
(1) Kókusz-trimetil-ammonium-metoszulfát; és	
(2) azonos a fentiekben ismertetettekkel.	

Az emulzióban lévő emulgeált szilikonrészecske mérete körülbelül 0,5 µm.

Az emulziót az 1. példa szerinti textillágyító készítményhez társítjuk. A készítményt az 1. példában ismertetett eljárással állítjuk elő.

A kapott készítmények összetétele a következő:

Komponens	F	G	H	I	J
-----------	---	---	---	---	---

Textillágyító**készítmény**

Kationos lágyító szer	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
Kókusz 20 EO nemionos	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Faggyúalkohol	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Szilikon habzágátló	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Proxel GXL	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Gyöngyházfény (csillám)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Színezék	← 0,0015 →				
Parfüm	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
<u>Emulzió (1)</u>	1,66	5,00	8,33	16,66	25,0
Szilikon PDMS (2)	1	3	5	10	15
COCOTMAMS	0,058	0,175	0,291	0,583	0,875
COCOPEMAMS	0,031	0,095	0,158	0,316	0,475
Víz	← kiegészítés 100 %-a →				

(1) Az emulgeált szilikont tartalmazó emulziós termék;

(2) Az emulgeálás előtti viszkozitás $0,3 \text{ m}^2/\text{s}$.

3. példa

A kontroll készítményt és az A-J készítményeket 37°C -on tároljuk. A példák szerinti készítmények viszkozitását különböző időközönként mérjük a tárolási stabilitás meghatározására. A viszkozitásmérést minden esetben 25°C -on, egy MVI ingával és csészés viszkoziméterrel felszerelt Haake VT 500 készülékkel végezzük. A nyíró sebesség 106 s^{-1} . A viszkozitás értékeket [mPa.s] értékben adjuk meg.

A kontroll és az A-E készítményekre kapott eredményeket az 1. táblázatban ismertetjük (a PDMS viszkozitása az emulgeálás előtt $0,06 \text{ m}^2/\text{s}$). Az F-J készítményekre (amelyek az emulgeálás előtt $0,3 \text{ m}^2/\text{s}$ viszkozitású PDMS-t tartalmaznak) kapott eredményeket a 2. táblázatban

adjuk meg.

1. táblázat

	Kontroll	A	B	C	D	E
	0% szilikon	1% szilikon	2% szilikon	3% szilikon	4% szilikon	5% szilikon
0 nap	27	30	38	30	35	37
8 nap	29	31	41	41	37	36
14 nap	25	35	50	71	41	34
27 nap	29	396	421	425	46	37
43 nap	530	>500	>500	520	44	39
56 nap	-	-	-	-	46	34
70 nap	-	-	-	-	483	>500

A kapott eredmények azt mutatják, hogy a 4 és 5 tömeg% szilikont tartalmazó 1. példa szerinti készítmények 37 °C-on tárolva jobb stabilitást mutatnak, mint a kontroll és az 1, 2 és 3 tömeg% szilikont tartalmazó 1. példa szerinti készítmények. A koncentrált textillágyító készítmények viszkozitása kívánatosan nem eshet lényegesen kívül a 25-70 mPa.s tartományon a tárolást követően.

2. táblázat

	F	G	H	I	J
	1% szilikon	3% szilikon	5% szilikon	10% szilikon	15% szilikon
0 nap	31	33	33	57	73
7 nap	30	307	45	70	98
14 nap	40	-	49	73	86
29 nap	356	-	41	61	79
58 nap	-	-	40	69	74
70 nap	-	-	37	56	73
92 nap	-	-	33	57	82

A kapott eredmények azt mutatják, hogy az 5, 10 és 15 tömeg% szilikont tartalmazó készítmények 37 °C-on tárolva lényegesen jobb stabilitást mutatnak, mint az 1-3 tömeg% szilikont tartalmazó készítmények.

4. példa

A következő kísérletben a vegyes (kationos és nemionos) szilikon emulgeálószer alkalmazásának hatását vizsgáljuk.

Vizes makroemulzió formájában előállítunk egy $0,06 \text{ m}^2/\text{s}$ viszkozitású készítményt, amelynek összetétele a következő:

Komponens	[tömeg%]
PDMS	60,0
Kationos emulgeálószer (1)	3,5
Nemionos emulgeálószer (2)	1,9
Víz, konzerváló szer, habzásgátló	kiegészítés 100 %-ra
(1) Cetil-trimetil-ammónium-metoszulfát; és	
(2) Lauril-alkohol 3 EO (Croda gyártmány).	

Az emulzióban lévő emulgeált szilikonrészecske mérete körülbelül $0,5 \mu\text{m}$.

Ezután textillágyító készítményt állítunk elő úgy, hogy az emulziót az 1. példa szerinti eljárással előállított textillágyító készítményhez társítjuk.

A kapott készítmények összetétele a következő:

Komponens	K	L	M	N	O
<u>Textillágyító</u>					
<u>készítmény</u>					
Kationos lágyító szer (1)	13,5	13,5	13,5	13,5	13,5
Kókusz 20 EO nemionos	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Faggyúalkohol	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
Szilikon habzásgátló (1)	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Proxel GXL (1)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Gyöngyházfény (csillám)	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Színezék (1)	← 0,0015 →				

Parfüm	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95
Emulzió (2)	1,66	5,00	8,33	16,66	25,0
Szilikon PDMS (3)	1	3	5	10	15
Kationos emulgeálószer	0,058	0,175	0,291	0,583	0,875
Nemionos emulgeálószer	0,031	0,095	0,158	0,316	0,475

- (1) Az 1. példában ismertetteknek megfelelő.
- (2) Az emulgeált szilikont tartalmazó emulziós termék.
- (3) Az emulgeálás előtti viszkozitás 0,06 m²/s.

A készítményeket 37 °C-on tároljuk. A készítmények viszkozitását 25 °C-on, egy MVI inga és csésze viszkoziméterrel felszerelt Haake VT 500 készülékkel mérjük. A nyíró sebesség 106 s⁻¹. A viszkozitás értékeket [mPa.s] értékben adjuk meg.

A kapott eredményeket a 3. táblázatban ismertetjük.

3. táblázat

	K	L	M	N	O
	1% szilikon	3% szilikon	5% szilikon	10% szilikon	15% szilikon
0 nap	29	31	32	51	87
7 nap	31	298	38	66	100
14 nap	340	-	79	61	92
29 nap	-	-	339	54	81
56 nap	-	-	-	56	86
92 nap	-	-	-	47	80

A kapott eredmények azt mutatják, hogy a vegyes kationos/nemionos rendszerrel emulgeált 5, 10 és 15 tömeg% szilikont tartalmazó készítmények jobb stabilitást mutatnak, mint az 1-3 tömeg% szilikont tartalmazó készítmények.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás egy

(a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szert és

(b) 0,25-2,5 parfümöt

tartalmazó, 25 °C-on vagy ennél nagyobb, de 40 °C-nál kisebb hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmény viszkozitás-stabilitásának javítására, azzal jellemezve, hogy a készítményhez teljes tömegére számítva 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikont társítunk, ahol a szilikont egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel emulgeáljuk, és így makroemulziót alakítunk ki, és ahol a szilikon viszkozitása az emulgeálás előtt 0,01-0,4 m²/s.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete 0,39-25 µm.

3. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kationos felületaktív emulgeálószer egy halogenid vagy metoszulfát elleniont tartalmaz, és a kation a következők közül választott csoport: alkil-trimetil-ammonium-kation és származékai, amelyben a nitrogénatomon lévő legalább két metilcsoport (poli)alkoxilezett csoportokkal helyettesített.

4. Eljárás egy

(a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szert és

(b) 0,25-2,5 parfümöt

tartalmazó, 25 °C-on vagy ennél nagyobb, de 40 °C-nál kisebb hőmérsékleten tárolt textillágyító készítmény viszkozitásstabilitásának javítására, azzal jellemezve, hogy a készítményhez teljes tömegére számítva 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikont társítunk, ahol az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább 0,2 µm, de legfeljebb 25 µm, és a

szilikon emulgalását egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel végezzük.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy amelyben az alkalmazott szilikon viszkozitása emulgeálás előtt $0,01-0,4 \text{ m}^2/\text{s}$.

6. A fenti 4. vagy 5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kationos felületaktív emulgeálószer egy halogenid vagy metosulfát elleniont tartalmaz, és a kation a következők közül választott csoport: alkil-trimetil-ammónium-kation és származékai, amelyben a nitrogénatomon lévő legalább két metilcsoport (poli)alkoxilezett csoportokkal helyettesített.

7. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az emulgeált szilikon emulzióban az emulgeáló kationos felületaktív anyagok összes mennyisége az készítmény teljes tömegére számítva $0,5-20$ tömeg%, előnyösen $2-12$ tömeg% és még előnyösebben $3-10$ tömeg%, és a szilikon tömegaránya az összes emulgeáló kationos felületaktív anyaghoz viszonyítva előnyösen $(3:1)-(120:1)$, még előnyösebben $(3:1)-(30:1)$.

8. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kationos textillágyító szer a következők közül választott vegyület: nem észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyület és észtercsoporttal kapcsolt kvaterner ammóniumvegyület.

9. A 8. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kationos textillágyító szer a következők közül választott vegyület: 1,2-bisz[keményített faggyúalkil-karbonil-oxi]-3-trimetil-ammónium-propán-klorid, di(faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid, di(keményített faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid, di(faggyúalkil-karbonil-oxi-etil)-metil-hidroxi-etil-metosulfát és ezek elegyei.

10. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott kationos textillágyító szer összes

mennyisége a készítmény teljes tömegére számítva 10-35 tömeg%, előnyösen 12-30 tömeg%.

11. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilikon egy olyan poli[di-(1-6 szénatomos alkil)-sziloxán] [előnyösen poli(dimetil-sziloxán), amely tri-(1-6 szénatomos alkil)-szililcsoporttal (előnyösen trimetil-szilil-csoporttal) vagy hidroxidi-(1-6 szénatomos alkil)-szilil-csoporttal (például hidroxidi-dimetil-szilil-csoporttal) vagy mindkettővel záródik.

12. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a késztermékben az összes textillágyító szer összes szilikonhoz viszonyított tömegaránya előnyösen (2,5:1)-(10:1), még előnyösebben (3:1)-(8,5:1) és még inkább (3:1)-(7:1).

13. A fenti igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy készítményben alkalmazott emulgeált szilikon mennyisége a készítmény teljes tömegére számítva 3,75-12 tömeg%, előnyösen 4-10 tömeg% és még előnyösebben 4,5-10 tömeg%.

14. Textillágyító készítmény, amelynek összetétele a készítmény teljes tömegére számítva a következő:

- (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer,
- (b) parfüm és
- (c) 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikon,

ahol a szilikon egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel van emulgeálva, és így makroemulzió formában van, ahol az emulgeált szilikon viszkozitása az emulgeálás előtt $0,01-0,4 \text{ m}^2/\text{s}$.

15. Textillágyító készítmény, amelynek összetétele a készítmény teljes tömegére számítva a következő:

- (a) 8-50 tömeg% kationos textillágyító szer,
- (b) parfüm és
- (c) 3,5-15 tömeg% emulgeált szilikon,

ahol az emulgeált szilikon átlagos cseppmérete legalább $0,2\ \mu\text{m}$, de legfeljebb $25\ \mu\text{m}$, és a szilikon egy vagy több kationos felületaktív emulgeálószerrel emulgeált.

A meghatalmazott:

t. dr. Török Ferenc

Szili

02/05/21

Török
DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
dr. Török Ferenc
szabadalmi ügyvivő