

(19)



SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 882017 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **882017**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**C11D 1/62
C07C209/00**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **29.04.1988**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **29.04.1988**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **02.11.1988**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

01.05.1987 US 045975

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •The Procter & Gamble Company, One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, OH 45202, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Walley, Darlene Rose, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kuitujen ja kankaiden käsittelemiseksi käytettäviä monoesterikoostumuksia.

Monoesterkompositioner för användning vid behandling av fibrer och textilier.

Kuitujen ja kankaiden käsittelyä varten käytettäviä mono-
esterikoostumuksia

Esillä oleva keksintö käsittelee kankaan käsittely-
5 koostumuksia. Erityisesti se koskee tekstiilin käsittely-
koostumuksia, jotka on tarkoitettu käytettäviksi tekstii-
lien pesussa huuhteluvaiheessa, jotta saavutetaan kankaan
pehmentyminen ja sähköisyyden kontrollointi ja koostumuk-
sella on tyypillisesti erinomaiset varastointikestävyys-
10 ja viskositeettiominaisuudet ja erinomainen biologinen
hajoaminen. Tässä esitettyjä koostumuksia voidaan käyttää
myös vaatteiden käsittelyyn kuumissa vaatteiden ilmakui-
vaimissa ja hiustenhoitoaineissa.

Tekstiilien käsittelykoostumukset, joita voidaan
15 käyttää pehmentämässä kankaita ja kontrolloimassa sähköi-
syyttä pesun aikana, ovat alalla hyvin tunnettuja ja ne
ovat löytäneet paljon kaupallisia sovellutuksia. Tavalli-
sesti huuhteluvaiheeseen lisättävät kankaiden pehennys-
koostumukset sisältävät aktiivisena pehmentävänä aineena
20 pääosin veteenliukenemattomia kationisia aineita, joissa
on kaksi pitkää alkyyliketjua. Tyypillisiä tällaisia ai-
neita ovat distearyylidimetyyliammoniumkloridi ja imidatso-
liniumyhdisteet, jotka on substituoitu kahdella stearyyli-
ryhmällä. Nämä aineet valmistetaan tavallisesti vesidis-
25 persiona ja tavallisesti ei ole mahdollista valmistaa täl-
laisia vesipitoisia dispersioita, joissa olisi enemmän
kuin noin 10 % kationisia aineita ilman, että syntyy on-
gelmia tuotteen viskositeetin ja stabiilisuuden takia,
erityisesti sen jälkeen, kun tuotetta on säilytetty kor-
30 keammissa lämpötiloissa, jolloin koostumuksia ei voida
kaataa ja niillä on riittämättömät dispergoitumis- ja
liukenemisominaisuudet huuhteluvedessä. Tämä fysikaali-
nen rajoitus pehmentimen konsentraatiossa luonnollisesti
rajoittaa pehennyskyvyn tehokkuutta, joka on saavutet-
35 tavissa ilman, että tuotetta käytetään ylimäärin, ja se
lisää oleellisesti jakelun ja pakkaamisen aiheuttamia

kustannuksia. Täten olisi hyvin toivottavaa valmistaa fysikaalisesti hyväksyttävää tekstiilin käsittelykoostumusta, joka sisältäisi huomattavasti suurempia määriä veteenliukenemattomia kationisia pehmentimiä.

5 Toivottavaa olisi valmistaa myös kankaiden pehmen-
nysaineita, jotka olisivat säilytystä kestäviä, mutta jot-
ka olisivat biologisesti hajoavia. Kuitenkin aineet, jotka
ovat biologisesti hajoavia, ovat tavallisesti riittämättö-
män pysyviä, jotta niistä voitaisiin valmistaa nestemäisiä
10 koostumuksia.

Tämän keksinnön kohteena on valmistaa säilytystä
kestäviä, biologisesti hajoavia kankaiden pehmentimiä.
Kohteena on edelleen valmistaa tällaisia aineita neste-
mäisinä tuotteina, konsentraatteina ja levyinä käytettä-
15 viksi vaatteiden kuivaimissa. Nämä tavoitteet ja muita
kohteita on saavutettu esillä olevassa keksinnössä, kuten
tulee ilmi seuraavasta.

Kationiset pehmentimet valmistetaan tavallisesti
lietteen muodossa, jossa on noin 70-80 % aktiivista ai-
20 netta orgaanisessa nesteessä kuten isopropanolissa, ja
tuote sisältää joskus pieniä määriä vettä (korkeintaan
noin 10 %). Vähittäiskaupan kankaiden pehennysaineet on
sitien valmistettu dispergoimalla pehmentimen liete lämpi-
mään veteen tarkasti valvotuissa olosuhteissa. Näiden
25 teollisten konsentraattien fysikaalinen muoto ja disper-
goituvuus ovat sellaisia, että ne estävät niiden suoran
käytön kotitalouksissa; ne voivat itseasiassa aiheuttaa
vaikeita käsittelyongelmia myös vähittäiskaupan kankaiden
pehmentimien teollisille käyttäjille.

30 Yhdisteitä, jotka ovat analogisia tämän keksinnön
käyttämien yhdisteiden kanssa, mutta joissa on hieman
lyhyempiä haaroittuneita alkyyliketjuja (R' tämän jälkeen)
ja hieman pidempiä esterialkyyliketjuja (R" tämän jälkeen)
kuin mitä tähän keksintöön on valittu käytettäväksi, on
35 saatavissa kauppanimillä SYNPROLAM FS, ICI:lta; katso
myös US-patentti 4 339 391, Hoffmann et al., kesäkuun 13.,

1982. Kuitenkaan tässä kankaiden käsittelykoostumuksina käytettyjen spesifisten yhdisteiden haluttuja kankaan pehmenneys-/viskositeetti-/stabiilisuus-/biohajoamisominaisuuksia ei ole esitetty aikaisemmin, kun niitä on käytetty tässä esitettyinä valmistaina.

US patenteissa 4 426 299, tammikuun 17, 1984 ja 4 401 578, elokuun 30. 1983, Verbruggen, esittävät paraffiinia, rasvahappoja ja estereitä lisäaineiksi pehmenneyskonsentraatteihin.

10 EP-patentti 0 018 039, Clint et al. maaliskuun 7. 1984, esittää hiilivetyjä ja kationisia tai nonionisia pinta-aktiivisia aineita pehmenneyskonsentraatteihin parantamaan viskositeettia ja stabiilisuusominaisuuksia.

US-patentissa 4 454 049 MacGilp et al. kesäkuun 12. 15 1984, esitetään nestemäisiä tekstiilikäsittelykoostumuksia isotrooppisina liuoksina, jotka sisältävät veteenliukenematonta di-C₁₆₋₂₄ valinnaisesti hydroksisubstituoitua alkyyli-, alkaryyli- tai alkenyyli kationista kankaanpehmenneysainetta, jossa vähintään 70 % kankaan pehmenneysaineesta on yhtä tai useampaa aineosaa seoksen, jonka sulamislämpötila on alle 20°C ja jossa veteenliukenematonta nonionista täyteainetta erityisesti C₁₀₋₄₀ hiilivetyjä tai C₈₋₂₄ rasvahappoja sisältäviä mono- tai polyhydristen alkoholien estereitä ja veteen sekoitettavaa orgaanista 25 liuotinta. Konsentraateilla on parempi valmistestabiilisuus ja dispergoituvuus ja lisäksi erinomaiset kankaanpehmenneysominaisuudet.

US-patentissa 4 439 330, Ooms, maaliskuun 27. 1984, esittää konsentroituja pehmentimiä, jotka sisältävät 30 etoksyloituja amiineja.

US-patentissa 4 476 031, Ooms, lokakuun 9. 1984, esitetään etoksyloituja amiineja tai niiden protonoituja johdannaisia yhdessä ammoniumin, imadatsoliniumin ja vastaavien aineiden kanssa. Alkoksyyloitujen amiinien käyttäminen luokkana on tunnettua pehmenneyskoostumuksissa 35 (katso esimerkiksi DE-patenttihakemukset nrot 3 829 022 ja 1 619 043 ja US-patentit nrot 4 076 632 ja 4 157 307).

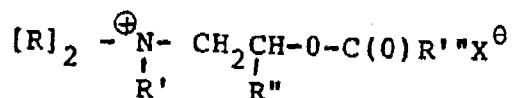
US-patentti 4 422 949, Ooms, joulukuun 27. 1983, esittää pehmennyskonsentraatteja, jotka perustuvat DTDMAC glyserolimonostearaattiin ja polykationeihin. Katso myös UK 59502, kesäkuun 26. 1985, Turner ja Dovey.

5 GB-patenttihakemuksessa nro 2 007 734A esitetään kankaiden pehmennyskonsentraatteja, jotka sisältävät seosta, jossa on rasvakvaternäärinen ammoniumsuola, jossa on vähintään yksi C₈₋₃₀-alkyyli substituentti ja öljyä ja lisäksi veteenliukenematonta yhdistettä, jolla on öljyn/rasvan
10 ominaisuudet. Konsentraatit on esitetty helposti dispergoitaviksi tai emulgoitaviksi kylmään veteen, jolloin muodostuu kankaan pehennysaineita.

Pehennysaineiden konsentroitua dispersioita voidaan valmistaa kuten esitetään EP-patenttihakemuksessa nro 406
15 ja UK patentissa nro 1 601 360 liittämällä niihin jotakin tiettyä nonionista lisä-pehennysainetta.

Kuten voidaan havaita, on alalla havaittu spesifinen ongelma valmistaa kankaiden pehennysaineita konsentroidussa muodossa, joka olisi kuluttajan käyttöön sopiva, ja erilaiset ratkaisut eivät ole olleet täysin tyydyttäviä. Yleisesti tiedetään (esimerkiksi US-patentti nro 3 681 241),
20 että ionisoitavien suolojen läsnäolo pehennyskoostumuksissa auttaa pienentämään viskositeettia.

Esillä olevassa keksinnössä käytetyillä kuitujen ja
25 kankaiden pehennysyhdisteillä ja antistaattisilla yhdisteillä on seuraava yleinen kaava:



30 jossa kukin R substituentti on lyhytketjuinen (C₁₋₆, edullisesti C₁₋₃) alkyyli- tai hydroksialkyyli ryhmä esim. metyyli (edullisimmin), etyyli, propyyli, hydroksietyyli tai vastaava tai niiden seos; R' on pitkäketjuinen hydrokarbyylisubstituentti alueella C₁₆₋₁₈, edullisesti C₁₈-alkyyli,
35 edullisimmin suoraketjuinen C₁₈-alkyyli; R'' on vety (edullisesti) tai lyhytketjuinen (C₁₋₄) hydrokarbyylisubstituentti, erityisesti metyyli; ja R''' on pitkäketjuinen

hydrokarbyylisubstituentti alueella C_{13-15} , edullisesti C_{15} -alkyyli, erityisesti suoraketjuinen alkyyli. Vastakationi X^- ei ole tässä kriittinen ja se voi olla esimerkiksi halidi, metyyli-sulfaatti tai vastaava. Edullisten yhdisteiden voidaan katsoa olevan analogeja di(eläinrasva)-dimetyyliammoniumkloridille ("DTDMAC"), joka on paljon käytetty kankaiden pehmenneaine.

Mitenkään haluamatta rajoittaa teoriaa uskotaan, että esteriosa antaa näille yhdisteille biologisen hajoavuuden, kun taas tosiasia on, että vain yksi yksittäinen esteriryhmä antaa riittävästi hydrolyyttistä stabiilisuutta, jotta yhdisteitä voidaan stabiilisti valmistaa nestemäisinä koostumuksina tässä esitetyissä olosuhteissa. Toivottavat yhdisteiden viskositeettiominaisuudet, jotka mahdollistavat niiden valmistamisen konsentraatteina, ovat täysin odottamattomia. Koska yhdisteet ovat kationisia, niillä ei ole ainoastaan kuituja ja kangasta pehmentävää vaikutusta, vaan ne toimivat myös antistaattisina aineina.

Esillä olevassa keksinnössä esitetään nestemäisiä kankaan pehmenneaineita ja antistaattisia koostumuksia, jotka sisältävät: nestemäistä kantajaa; ja vähintään noin 1 paino-% kankaan pehmenneaineyhdistettä, jolla on edellä esitetty kaava, liuotettuna tai edullisesti dispergoituna kyseiseen kantaja-aineeseen. Tällaiset nestemäiset koostumukset valmistetaan pH:ssa 2,0 - 5,0, edullisesti $3 \pm 0,5$, jolloin saadaan hyvä varastointikestävyys. Tavallista pesulan kankaiden pehmenneainekäyttöä varten tarkoitetut huuhteluvaiheissa käytettävät valmisteet sisältävät tyypillisesti noin 3-15 paino-% pehmenneaineyhdistettä.

Tässä edullisissa nestemäisissä koostumuksissa on pehmenneaineyhdistettä läsnä hiukkasina dispergoituna kantajaan. Hiukkaset ovat edullisesti alle mikronin kokoisia ja yleensä keskimääräiset halkaisijat ovat alueella noin 0,15 - 0,45 mikronia. Tällaiset hiukkasdispersioidut voidaan valinnaisesti stabiloida emulgaattoreilla.

Merkittävästi tässä esitetyt nestemäiset koostumukset eivät oleellisesti sisällä (tavallisesti alle 1 %) vapaita (siis protonoimattomia) amiineja, koska vapaat amiinit voivat katalysoida pehenninyhdisteiden hajoamista varastoinnin aikana. Kuitenkin mikäli läsnä on pieniä määriä amiinia, tulisi ne protonoida hapolla koostumusten valmistuksen aikana. Tähän tarkoitukseen voidaan käyttää vahvoja happoja kuten H_3PO_4 ja HCl .

Tässä esitettyjen yhdisteiden hiukkasten dispersioi-
den matalat viskositeetit tekevät mahdolliseksi niiden valmistamisen vesilaimenteisina vaatteiden pehennysaineina "väkevinä konsentraatteina", jotka sisältävät noin 16-25 paino-% vaatteiden pehennisyhdistettä. Tällaiset vahvat konsentraatit pakataan edullisesti pusseihin, jotka voidaan laimentaa vedellä "sopivan vahvuisiksi" pehmentimiksi (tavallisesti 3-5 % pitoisuus pehmentimen aktiivista aineosaa).

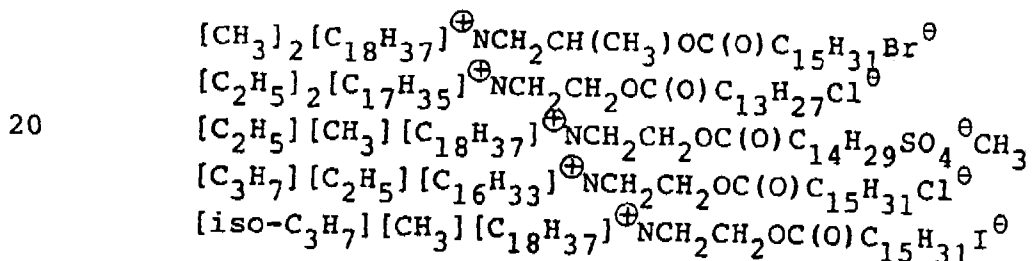
Tässä esitetyt yhdisteet voidaan valmistaa myös kiinteinä aineina yhdessä hiukkasmaisen kantaja-aineen kanssa hiukkasmaisiksi vaatteiden pehmentimiksi ja anti-staattisiksi koostumuksiksi. Kun ne valmistetaan kiinteiksi aineiksi, eivät pH ja amiinien läsnäolo tai niiden puuttuminen ole tietenkään yhtä kriittisiä kuin nestemäisten koostumusten ollessa kysymyksessä, koska stabiilisuus hydrolyysiä vastaan varastoinnin aikana ei ole yhtä ongelmallista.

Toiset tässä esitetyt kiinteät koostumukset sisältävät yhdisteet irroitettavasti sidottuina kalvomateriaaleihin, jotta saadaan kankaan pehennyskoostumuksia ja anti-staattisia koostumuksia kalvon muodossa, jota voidaan käyttää kuumailma-vaatekuivaimissa.

Esillä olevassa keksinnössä esitetään myös menetelmä, jolla pehennetään kuituja (mukaan lukien hiukset) tai kankaita tai liitetään niihin antistaattinen loppukäsittely, ja johon kuuluu kyseisten kankaiden tai kuitujen yhdistäminen yhdisteen kanssa, joka on edellä esitettyä tyyppiä.

Kaikki prosenttimäärät, suhteet ja osuudet on tässä annettu painoa kohti ellei toisin ole spesifioitu.

Tämän keksinnön käytännössä on aktiivisina pehmentiminä tai antistaattisina aineosina käytetyt yhdisteet valmistettu käyttäen standardireaktiokemiaa. Tyypillisessä synteesissä esteröidään amiini, jolla on seuraava kaava $RR'NCH_2CHR''OH$, hydroksyyliiryhmään happamalla kloridilla, jolla on kaava $R''C(O)Cl$, kvaternisoidaan sitten alkyylihalidilla, RX , jolloin saadaan haluttu reaktiotuote (jossa R , R' , R'' ja R''' ovat kuten määritellään edellä rakennekaavassa). Myöhemmin esitettävässä esimerkissä 1 esitetään synteessin yksityiskohtainen kulku edulliselle yhdisteelle. Kuitenkin alan ammattilaiselle on ilmeistä, että tämä reaktiojärjestys sallii valmistettavaksi suuren joukon yhdisteitä. Rajoittamattomina esimerkkeinä voidaan mainita seuraavat (joissa kaikki pitkäketjuiset alkyylisubstituentit ovat suoraketjuisia):



Koska edellä esitetyt yhdisteet ovat jossakin määrin pysymättömiä hydrolyysiä vastaan, tulisi niitä käsitellä suhteellisen huolellisesti valmistettaessa tässä esitettyjä koostumuksia, erityisesti nestemäisiä koostumuksia. Esimeriksi stabiilit nestemäiset koostumukset valmistetaan tässä pH-alueella 2,0 - 5,0, edullisesti pH:ssa $3,0 \pm 0,5$. pH voidaan säätää standardi menetelmillä esim. HCl :llä, HBr :lla ja vastaavilla; H_3PO_4 on edullinen.

Lisäksi tässä esitettävien nestemäisten koostumusten tulisi olla oleellisesti vapaita amiineista (1 % tai vähemmän, edullisesti 0,3 %). Vaikkakin monet valmiit vaatteiden pehmenneaineet sisältävät erilaisten pehmenneyhdisteiden seoksia, ei tällaisissa alalla esitetyissä

koostumuksissa käytettyjä amiinipehmentimiä edullisesti käytetä tämän keksinnön nestemäisissä koostumuksissa, koska ne voivat katalysoida hydrolyysiä ja siten pienentää varastointikestävyyttä. Kuitenkin tässä olevat nestemäiset ja kiinteät koostumukset voivat valinnaisesti sisältää ei-amiini pehmenintä ja antistaattista ainetta esimerkiksi standardi-pehmenintä "quats" kuten di(eläinrasva)dimetyyliammoniumkloridia ("DTDMAC"), C₁₄₋₁₈-imidatsoliniumia jne. apupehmentimenä/apu-antistaattisena aineena. Tällaisia valinnaisia aineosia voi tyypillisesti olla 1-10 % esillä olevissa koostumuksissa.

Tässä esitetyt nestemäiset koostumukset sisältävät nestemäistä kantajaa, joka on tavallisesti vesi tai veden ja alkoholin kuten etanolin tai isopropanolin seos (tavallisesti 0,5 - 3,0 % alkoholia). Tässä keksinnössä käytettävät pehmenysyhdisteet ovat liukenemattomia tällaisiin vesipohjaisiin kantajiin ja siten ovat siinä hienojakoisten hiukkasten dispersiona. Nämä hiukkaset ovat kuitenkin edellä on esitetty alle mikronin kokoisina kooltaan ja ne valmistetaan tavallisesti voimakkaasti sekoittaen, jolloin yhdisteet dispergoituvat hienoina hiukkasina. Edullisen dispersion valmistaminen esitetään yksityiskohdaisesti esimerkissä 2 myöhemmin. Koska yhdisteet ovat hydrolyyttisesti epästabiileja, tulee välttää emäksen läsnäoloa ja pitää prosessorointilämpötila alueella noin 70-80°C.

Edellä esitettyä tyyppiä olevat hiukkasmaiset dispersiot voidaan valinnaisesti stabiloida erottumista vastaan standardien avulla, ei-emäs emulgaattoreilla, erityisesti ei-ionisilla aineilla kuten C₁₄₋₁₈-etoksylaateilla (EO₈₋₁₅), tyypillisesti käyttäen konsentraationa 0,1 - 2 %, tunnetun menetelmän mukaisesti, jolla valmistetaan nestemäisten DTDMAC vaatteiden pehmentimien dispersioita.

Tämän keksinnön menetelmäkohdassa kuidut ja vaatteet saatetaan kosketuksiin 3,0 - 9,0 g:n kanssa (3,5 kg kohti

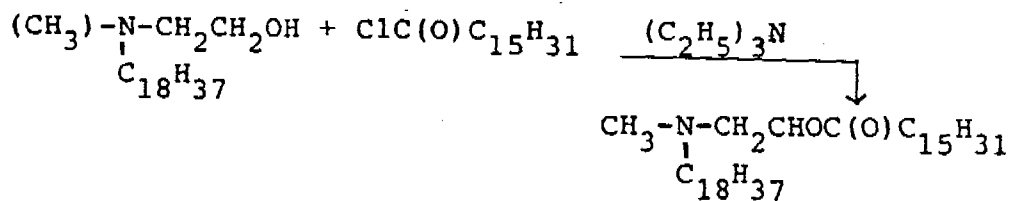
kuitua tai vaatetta, joka on käsiteltävänä) tässä esitettyä yhdistettä vesikylvyssä tai kuumailmakuivaimeissa. Tietenkin käytettävä määrä on käyttäjän päätettävissä riippuen kuitu- ja vaatetyypistä, halutusta pehmentymisasteesta ja vastaavien seikkojen perusteella. Tyypillisesti noin 120 ml 5 % dispersiota (katso esimerkki 2) käytetään 25 l:ssa pyykin huuhevettä, jotta saavutetaan pehmentyminen ja sähköisyyden poistuminen 3,5 kg:n erälle sekoitettuja kankaita.

Seuraavat esimerkit esittävät esillä olevan keksinnön käytäntöä, mutta niitä ei ole tarkoitettu keksintöä rajoittamaan.

Esimerkki 1

Tässä käytettyjen kankaiden pehmentimien synteesi suoritetaan seuraamalla kaksivaiheista menetelmää:

15 Vaihe A. Amiinin synteesi:



20

Menetelmä:

0,6 moolia oktadekyyli, etanoli, metyyliamiinia sijoitetaan 3-litran 3-kaulapulloon, joka on varustettu paltusjäähdyttimellä, argonin (tai typen) sisääntuonnilla ja kahdella lisäyssuppilolla. Lisäyssuppiloon sijoitetaan 0,4 moolia trietyyliamiinia ja toiseen lisäsuppiloon sijoitetaan 0,6 moolia palmitoyylikloridia 1:1 liuoksena metyleenikloridin kanssa. Metyleenikloridi (750 ml) lisätään reaktiopulloon, joka sisältää amiinin, ja kuumennetaan 35°C:seen (vesihaude). Trietyyliamiinia lisätään tipoitain ja lämpötila nousee 40-45°C:seen, samalla sekoitetaan yli puoli tuntia. Palmitoyylikloridi/metyleenikloridiliuos lisätään tipoitain ja annetaan kuumentua 40-45°C:seen inertissä ilmakehässä yön yli (12-16 h).

35

Analyysi

TLC (5:1 kloroformi:metanoli)*: $R_f = 0,25$.

IR (CCl_4): 2910, 2832, 1730, 1450 cm^{-1} .

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 4,0-4,5 (2H), 3,5 (6H), 2,0-2,7 (6H),
 5 1,2-1,5 (58H), 0,9 (6H) ppm (suhteessa tetrametyylisilaa-
 niin = 0 ppm).

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3): 172,5, 65,3, 62,1, 57,4, 51,8,
 33,9, 31,8, 29,5, 28,7, 26,2, 22,8, 22,5, 14,0 (suhteessa
 tetrametyylisilaaniin = 0 ppm).

10 * 10 x 20 cm esimerkittyjä lasilevyjä, 250 mikronin
 silikageeli; havainnointi PMA-värjäyksellä.

Esimerkki 2

Standardipesussa huuhteluvaiheessa käytettäväksi
 tarkoitettun nestemäisen kankaiden pehmenyskoostumusten
 15 valmistus tapahtuu seuraavasti.

	<u>Aineosa</u>	<u>Määrä (paino-%)</u>
	Pehmenninyhdiste*	0,5
	Isopropyylialkoholi**	0,9
	Väri/muut pienenä pitoisuutena	
20	esiintyvät aineet	0,1
	Vesi	tasapainoon
	H_3PO_4	pH-arvoon 2,0-5,0

* valmistettu esimerkissä 1

** valinnaisesti alueella 0,5-2,0 %

25 Esimerkin 2 koostumuksen ei-hydrolyyttinen valmis-
 te valmistetaan seuraavasti. Pehmennin ja isopropyyli-
 alkoholi sekoitetaan ja lämmitetään ($80-85^\circ\text{C}$:seen), jol-
 loin muodostuu nesteytetty "sulate". Tämän jälkeen seos
 kaadetaan veteen ($70-80^\circ\text{C}$) samalla voimakkaasti sekoit-
 30 taen (7000 kpm; 20-25 minuuttia) pehmentimen hiukkasten
 pienentämiseksi alle mikronin hiukkasiksi. Tämän jälkeen
 lisätään väri ja muut pienenä pitoisuutena esiintyvät
 aineet ja pH säädetään H_3PO_4 :lla. Saadun dispersion vis-
 kositeetti on noin 40 senttipoisea ja sitä käytetään
 35 standardi tapaan huuhtelun aikana tapahtuvassa kankaan
 pehmentämisessä. Kaikki kyseisen keksinnön nestemäiset
 koostumukset valmistetaan pääosin samalla tavalla.

Samalla tavalla valmistetaan esimerkin 1 pehmentimen dispersiot vesi-isopropyylialkoholiseoksena (90:10) 8 % (50 cps) ja 15 % (80 cps).

Kationisen pehmenninkomponentin lisäksi voivat kysei-
 5 set koostumukset sisältää kaikkia valinnaisia aineosia, joita tavallisesti käytetään tekstiilien käsittelykoostumuksissa, esimerkiksi väriaineita, hajustimia, säilöntäaineita, optisia kirkasteita, opatisoivia aineita, viskositeetin säätimiä, kankaita käsitteleviä aineita, pinta-aktiivisia aineita, stabiloivia aineita kuten quar-kumi ja
 10 polyetyleeniglykoli, kutistumista estäviä aineita, rypistymistä ehkäiseviä aineita, kangasta kihartavia aineita, tahroja poistavia aineita, tahranpoistoaineita, bakteereita tappavia aineita, sieniä tappavia aineita, antioksidantteja kuten butyloituhydroksitolueeni, korroosiota estäviä aineita ja vastaavia.

Esillä olevissa koostumuksissa voidaan valinnaisesti käyttää erityisesti sellaisia aineita kuten DTDMAC, C_{16-18} -dialkyylimiidatsoliniumit, polydimetyylisiloksaanit, glyserolimonostearaatti ja kuten edellä on esitetty emulgaattoreita erityisesti etoksyloituja nonionisia aineita. Amiineja kuten TAMET ($C_{18}H_{37}N(\overline{CH_2CH_2OH})_2$), voi olla
 20 läsnä suhteellisen pieninä määrinä (tyypillisesti 0,3 - 0,5 %) protonoidussa muodossa, kuten edellä on esitetty.

Kiinteitä kantaja-aineita voidaan käyttää nesteiden tilalla. Esimerkiksi pehmentimet voidaan adsorboida hiukasmaisiin kiinteisiin aineisiin kuten kaliumsulfaattiin, mikronoituun silikaan ja vastaaviin ja lisätä pyykinhuuhteluveteen. Vaihtoehtoisesti pehmentimet voidaan irrotettavina kiinnittää kalvon pinnalle (esimerkiksi paperipyyhkeeseen, ei-kudottuun kankaaseen tai vastaaviin) ja
 30 pakata kostean pyykin mukana kuumailmakuivaimen samalla tavalla kuin kaupallisesti tunnettu BOUNCE -merkinen kuivaajaan lisättävä tuote. Tavallisesti tällaiset kiinteässä muodossa lisättävät koostumukset sisältävät 80-99 %
 35 kantajaa ja 1-20 % pehmennintä.

Seuraavat esimerkit edelleen valaisevat esillä olevaa keksintöä.

Esimerkki 3

Kuivaajaan lisättävä kalvo valmistetaan lämmittämäl-
lä 5 g esimerkin 1 pehmeninyhdistettä 6 g:aan isopropano-
lia, jolloin valmistetaan sulate samalla tavalla kuin esi-
5 merkissä 2. Sulate levitetään tasaisesti tavalliselle ker-
takäyttöiselle paperiselle käsipyyhkeelle (20 x 20 cm) ja
annettiin kuivaa. Käytössä imeytetty pyyhe sekoitetaan
kosteaan pyykkiin (5 kg annos kangasta, kuivapainon perus-
teella) standardi kuumanilmakuivaimeen kunnes vaatteet
10 ovat kuivia, jolloin saadaan pehmeä, antistaattinen loppu-
tulos.

Esimerkki 4

Nestemäinen kankaanpehmenin hiukkasmaisena, alle
mikronin dispersiona, valmistetaan esimerkin 2 mukaisesti
15 ja sillä on seuraava koostumus:

<u>Aineosa</u>	<u>Prosenttia (paino-%)</u>
DTDMAC	2,0
Pehmennintä*	4,0
C ₁₁₋₁₅ -alkoholi EO ₁₀ (avg)	0,5
20 Isopropyylialkoholi	7,5
Vettä	tasapainoon
H ₃ PO ₄	pH-arvoon 2,0-5,0

* Esimerkkiä 1 kohti

Esimerkki 5

25 Hiukkasmainen pehmenin sisältää seuraavan koostu-
muksen.

<u>Aineosa</u>	<u>Prosenttia (paino-%)</u>
Mikronoitua silikaa	90,0
Pehmennintä*	7,0
30 Na ₂ SO ₄	2,0
C ₁₁₋₁₅ -alkoholi (EO) ₁₅	1,0
* (CH ₃) ₂ (C ₁₈ H ₃₇) [⊕] NCH ₂ CH ₂ OC(O)C ₁₄ H ₂₉ Br [⊖]	

Esimerkin 5 koostumus valmistetaan sulattamalla yh-
dessä pehmenin, etoksyloitu alkoholi ja vastaava määrä
35 etanolia, varovasti lämmittäen, sitten ruiskuttamalla su-
late tasaisesti hiukkasmaiselle silika/natriumsulfaatille.

Esimerkki 6

Vahvalla nestemäisellä kankaiden pehmennyskonsentraatilla on seuraava koostumus:

	<u>Aineosa</u>	<u>Prosenttia (paino-%)</u>
5	Pehmennesyhdistettä*	20
	Isopropyylialkoholia	3,0
	Vettä	tasapainoon
	H ₃ PO ₄	pH-arvoon 2,0-5,0

* Esimerkkiä 1 kohti

10 Esimerkin 6 koostumus valmistetaan samalla tavalla kuin esimerkissä 2 siten, että alle mikronin kokoiset hiukkaset suspendoidaan nesteeseen. Käytännöllisesti koostumus pakataan yksinkertaiseen muovipussiin, joka avataan ja kaadetaan 4 x suurempaan vesitilavuuteen ennen käyttöä, jotta saadaan "sopivan vahvuista" pehennyskoostumusta ja
15 jotta saadaan "sopivan vahvuista" pehennyskoostumusta ja samalla säästetään pakkaus ja kuljetuskuluja ja varastointitilaa.

Sopivasti laimennettua koostumusta, joka on valmistettu esimerkin 4 konsentraatista, voidaan käyttää ihmisen
20 hiuksiin tai eläinten karvoihin, tyypillisesti saippuoinnin jälkeen, jotta saadaan pehmeä, liukas tuntuma.

Esimerkki 7

Tässä esitetty edullinen nestemäinen koostumus on seuraava.

	<u>Aineosa</u>	<u>Prosenttia (paino-%)</u>
25	Pehmennesyhdistettä*	4,4
	TAMET	0,3
	Glyserolimonostearaatti	1,2
	Polydimetyylisiloksaanineste	0,1
30	Bronopoli (säilytysaine)	100 ppm
	H ₃ PO ₄	0,07
	väri/hajustin	0,26 ppm
	Vesi	tasapainoon
	Tuotteen pH**	2,0-5,0

35 * Esimerkkiä 1 kohti, nesteytetty isopropanolilla

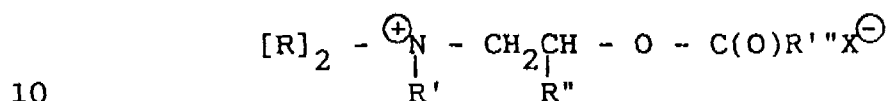
** Mitattu 10 % laimennoksesta

Kaupallista synteesiä hyvin tunteville on tietenkin selvää, että tässä käytetyt amiinisyöttöaineet voivat sisältää erilaisia, pieniä määriä dialkoholiaineosia, joista voi muodostua hiukan diestereitä. Lisäksi olisi taloudellisempaa kaupallisesti valmistaa tässä käytettyjä estereitä käyttäen happoja ja sopivia katalysaattoreita mieluummin kuin happoklorideja. Tällaiset aineet kuuluvat kaupalliseen rutiinitietämykseen ja ne eivät poikkea esillä olevan keksinnön hengestä ja alueesta. Merkityksellistä on se, että tässä esitetyt edulliset yhdisteet toimivat hyvin lämpötiloissa, jotka ovat matalampia kuin monet alalla esitetyt kankaiden pehmennysaineet ja siksi ne ovat käyttökelpoisempia kuumailmakuivaimissa ja ne toimivat myös hyvin kun kankaat kuivataan narulla.

Patenttivaatimukset

1. Nestemäinen kankaiden pehmenneaine- ja anti-
staattinen koostumus, joka sisältää:

- 5 a) nestemäistä kantajaa ja
b) vähintään noin 1 paino-% pehmenneyhdistettä,
jolla on kaava:



jossa kukin R on C₁₋₆-alkyyli- tai -hydroksialkyyli-ryhmä
tai niiden seos; R' on C₁₆₋₁₈-hydrokarbyyli-ryhmä, R'' on
vety tai C₁₋₄-hydrokarbyyli-ryhmä; R''' on C₁₃₋₁₅-hydrokar-
byylisubstituentti; ja X on vastaioni, t u n n e t t u
15 siitä, että pehmenneyhdiste on alle mikrometrin kokoisina
hiukkasina ja että koostumus on stabiilisti valmistettu
pH:ssa noin 2,0 - 5,0 ja sisältää alle 1 % amiineja.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus,
20 t u n n e t t u siitä, että kukin R on C₁₋₃-alkyyli ja R''
on vety.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen koostumus,
t u n n e t t u siitä, että kukin R' on suoraketjuinen
C₁₈-alkyyli.

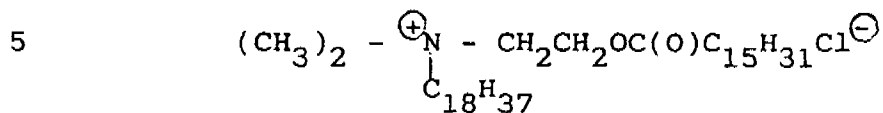
25 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen koostumus,
t u n n e t t u siitä, että kukin R-ryhmä on metyyli ja
R''' on suoraketjuinen C₁₅-alkyyli.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus,
30 t u n n e t t u siitä, että se sisältää noin 3 - 5 pai-
no-% pehmenneyhdistettä.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus,
t u n n e t t u siitä, että hiukkasten keskimääräinen
halkaisija on 0,2 - 0,45 mikrometriä.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen koostumus,
35 t u n n e t t u siitä, että se lisäksi sisältää emulgaat-
toria.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen koostumus, tunnettu siitä, että pehennysyhdiste on yhdiste, jolla on kaava



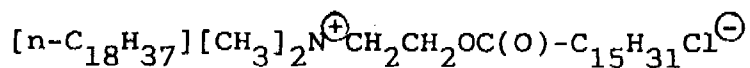
9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen vesilaimenteinen kankaiden pehennysainekonsentraatti, tunnettu siitä, että se sisältää noin 16 - 25 paino-% kankaiden pehennysyhdistettä.

10

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen koostumus, tunnettu siitä, että se on pakattu pussiin.

11. Yhdiste, jolla on kaava

15



jossa C₁₅H₃₁ on suoraketjuinen alkyyliryhmä.