(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

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

(10) **FI 945327 A7**

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 945327

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification (IPC^5)
C11D 1/62
C11D 1/645

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **03.05.1993**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **11.11.1994**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **11.11.1994**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - Internationell ansökan - International application **03.05.1993 PCT/US1993/004107**

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

12.05.1992 US 881979

(71) Hakija - Sökande - Applicant

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

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Baker, Ellen Schmidt,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 • **Bodet, Jean-Francois,** Belgium, BELGIA, (BE)
3 • **Demeyere, Hugo Jean Marie,** Belgium, BELGIA, (BE)
4 • **Hartman, Frederick Anthony,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
5 • **Hubesch, Bruno Albert,** Belgium, BELGIA, (BE)
6 • **Mermelstein, Robert,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
7 • **Taylor, Lucille Florence,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
8 • **Wahl, Errol Hoffman,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Konsentroituja tekstiilien pehmennyskoostumuksia, jotka sisältävät bio hajoavia tekstiilien pehmennysaineita

Koncentrerade mjukgöringskompositioner för textiler, vilka innehåller biologiskt nedbrytbara textilmjukgöringsämnen

Konsentroituja tekstiilien pehmennyskoostumuksia, jotka sisältävät biohajoavia tekstiilien pehmennysaineita

Teknillinen alue

Tämä keksintö koskee konsentroituja nestemäisiä ja kiinteitä tekstiilienkäsittelykoostumuksia. Erityisesti se koskee tekstiilienkäsittelykoostumuksia käytettäviksi tekstiilien pesuoperaatioiden huuhteluvaiheissa tuottamaan tekstiilien pehmennys/staattisuusetuja, näiden koostumusten ollessa tunnettuja erinomaisista varastointistabiilisuudesta ja viskositeettiominaisuuksista, samoin kuin biohajoavuudesta.

Keksinnön tausta

Alalla on aikaisemmin kuvattu monia ongelmia, jotka liittyvät tekstiilien hoitokoostumusten formuloimiseen ja valmistamiseen. Katso esimerkiksi Neiditch et al:n US-patentti 3 904 533, myönnetty 9. syyskuuta 1975. Japanilainen avoin julkaisu 1 249 129, päivätty 4. lokakuuta 1989, kuvaa ongelmaa dispergoitaessa tekstiilejä pehmentäviä aktiiviaineita, jotka sisältävät kaksi pitkää hydrofobista ketjua, jotka ovat esterisidosten keskeyttämiä ("diesterikvaternaariset ammoniumyhdisteet") ja ratkaisee sen nopealla sekoituksella. Changin US-patentti 5 066 414, myönnetty 19. marraskuuta 1991, kuvaa ja patentoi koostumuksia, jotka sisältävät seoksia kvaternaarisista ammoniumsuoloista, jotka sisältävät ainakin yhden esterisidoksen, ionittomasta pinta-aktiivisesta aineesta, kuten lineaarisesta alkoksyloidusta alkoholista sekä nestemäisestä kantaja-aineesta parannettua stabiilisuutta ja dispergoituvuutta varten. Straathof et al.:n US-patentti 4 767 547, myönnetty 30. elokuuta 1988, patentoi koostumuksia, jotka sisältävät joko diesteri- tai monoesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, joissa typessä on joko yksi, kaksi tai kolme metyyliryhmää stabiloituna säilyttämällä kriittinen matala pH joka on välillä 2,5 - 4,2.

Verbruggenin US-patentti 4 401 578, myönnetty 30. elokuuta 1983, kuvaa hiilivetyjä, rasvahappoja, rasvahappoestereitä sekä rasva-alkoholeja viskositeetin säätöaineina tekstiilien pehmennysaineissa (näiden tekstiilien pehmennysaineiden on kuvattu valinnaisesti sisältävän esterisidoksia hydrofobisissa ketjuissa). Julkaisu WO 89/115 22-A (DE 3 818 061-A; EP-346 634-A), jonka prioriteettipäivä on 27. toukokuuta 1988, kuvaa diesteri-kvaternaarisia ammonium-tekstiilien pehmennyskomponentteja ja rasvahappoa. EP-patentti 243 735 kuvaa sorbitaniestereitä ja diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä konsentroitujen pehmennysainekoostumusten dispersioiden parantamiseksi.

Alalla kuvataan myös yhdisteitä, jotka muuttavat diesteri-kvaternaaristen ammoniumyhdisteiden rakennetta substituoimalla esim. hydroksietyylillä metyyliryhmä tai polyalkoksiryhmällä alkoksiryhmä kahdessa hydrofobisessa ketjussa. Erityisesti Kang et al.:n US-patentti 3 915 867, myönnetty 28. lokakuuta 1975, kuvaa metyyliryhmän substituoimista hydroksietyyliryhmällä. Pehmennysmateriaalia, jossa on erityinen cis/trans-pitoisuus pitkissä hydrofobisissa ryhmissä, on kuvattu JP-patenttihakemuksessa 63-194 316, päivätty 21. marraskuuta 1988. Yhdisteitä, joissa on alkoksi, asyloksi- ja alkyyliryhmiä, on kuvattu esim. Rutzen et al.:n US-patentissa 4 923 642, myönnetty 8. toukokuuta 1990.

US-patentti 4 844 823, Jaques et al., myönnetty 4. heinäkuuta 1989, kuvaa tekstiilien pehmennysaineita, jotka sisältävät eräänä vaihtoehtona 3 - 20 % diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä, kuten edellä US-patentissa 3 915 867, sekä rasva-alkoholia pehmennyskyvyn parantamiseksi.

Diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä rasvahappo-, alkyylisulfaatti- tai alkyylisulfonaattianionin kanssa on kuvattu EP-patentissa 336 267-A, jonka priori-

teettipäivä on 2. huhtikuuta 1988. EP-patentti 418 273, jonka prioriteettipäivä on 22. toukokuuta 1988, kuvaa esim. diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä ja DTDMAC:ia (ditalidimetyyliammoniumkloridi) parantunutta irtoamista alustasta varten automaattisessa vaatteiden kuivaajassa.

Rutzen et al.:n US-patentti 4 923 642, myönnetty 8. toukokuuta 1990, kuvaa esteri-tekstiilienpehmennysaineita, mutta erilaisella rasvahapolla eli sellaisella, joka on eetteröity. (Rasvahappo on substituoitu hydroksi-, alkoksi- jne. ryhmillä.)

Saksalainen avoin julkaisu 1 935 499, Distler et al., julkaistu 14. tammikuuta 1971, kuvaa rasvahappometyyliestereiden reaktiota alkyylidietanoliamiinin kanssa ja kvaternoituna metyylisulfaatilla diesteri-kvaternaarisen ammonium-tekstiilinpehmennysaineen muodostamiseksi.

Waltz et al.:n US-patentti 4 456 554, julkaistu 26. kesäkuuta 1984, kuvaa alkyylidiasyloksialkyyliamiineja, jotka on kvaternoitu trialkyylifosfonaateilla tai -fosfiiteilla.

Saksalainen avoin julkaisu DE 638 918, Henkel, julkaistu 18. toukokuuta 1988 nimellä EP 267 551-A, kuvaa diesterikvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, joissa rasvahappo on korvattu hydroksirasvahapolla.

EP-patenttihakemus 284 036-A, Hofinger et al., julkaistu 23. maaliskuuta 1988, kuvaa diesteri-kvaternaaristen ammoniumyhdisteiden valmistamista antamalla alkanoliamiinin reagoida glyseridin kanssa. (Saksalainen ekvivalentti on DE 3710064).

US-patentti 4 808 321, Walley, myönnetty 28. helmikuuta 1989, kuvaa tekstiilien pehmennyskoostumuksia, jotka sisältävät ditalidimetyyliammoniumkloridin monoesterianalogeja, jotka on dispergoitu nestemäiseen kantajaan alle mikronin kokoisina partikkeleina suurleikkaussekoituksella, tai partikkelit voivat valinnaisesti olla stabiloituja

emulgointiaineilla, kuten ionittomilla C_{14-18}-etoksylaateilla.

Saksalainen avoin julkaisu 8 911 522, Volkel et al., julkaistu 27. toukokuuta 1988, kuvaa vesipohjaisia tekstiilien pehmennyskoostumuksia, joissa on diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä, jossa on kaksi C_{10-22}-asyloksialkyyliketjua, sekä rasvahappoa.

Saksalainen avoin julkaisu 9 101 295, Trius et al., julkaistu 17. heinäkuuta 1989, kuvaa menetelmää diesterikvaternaaristen ammoniumyhdisteiden valmistamiseksi antamalla alkanoliamiinin ja rasvahapon reagoida keskenään. Tämän jälkeen amiini alkyloidaan kvaternaarisen yhdisteen muodostamiseksi.

Rutzen et al.:n EP-hakemus 336 267, jonka prioriteettipäivä on 2. huhtikuuta 1988, ja joka on julkaistu 11. lokakuuta 1989, kuvaa diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, joissa on ainakin yksi hydroksialkyyliryhmä.

EP-hakemus 91 201 887.6, Demeyere et al., päivätty 8. heinäkuuta 1991, kuvaa hajuste/aktiiviaineseoksia, jotka on adsorboitu hienojakoiselle piidioksidille.

EP-hakemus 243 735, Nusslein et al., julkaistu 4. marraskuuta 1987, kuvaa sorbitaaniesteri- ja diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä konsentroitujen dispersioiden dispergoituvuuden parantamiseksi.

EP-hakemus 409 502, Tandela et al., julkaistu 23. tammikuuta 1991, kuvaa esim. esteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä sekä rasvahappomateriaalia tai sen suolaa.

EP-hakemus 240 727, Nusslein et al., prioriteettipäivä 12. maaliskuuta 1986, kuvaa diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä saippuoiden tai rasvahappojen kanssa parannetun dispergoituvuuden veteen saavuttamiseksi.

US-patentti 4 874 554, Lange et al., myönnetty 17. lokakuuta 1989, kuvaa diesteri-kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä joissa on polyetoksiryhmiä, sekä menetelmää näi-

den yhdisteiden valmistamiseksi, käytettäviksi hiuskosmetiikkavalmisteissa.

Kaikki edellä mainituista patenteista ja patenttihakemuksista sisällytetään tähän viitteinä.

Keksinnön yhteenveto

Tämän keksinnön mukaiset konsentroidut tekstiilien pehmennyskoostumukset on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

I. kiinteä partikkelimainen koostumus, joka sisältää:

(A) noin 50 - noin 95 % biohajoavaa tekstiilejä pehmentävää diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä; ja

(B) noin 3 - noin 30 % viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiainetta, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

1. yhden pitkän alkyyliketjun sisältävä kationinen pinta-aktiivinen aine;

2. ioniton pinta-aktiivinen aine, jossa on vähintään 8 etoksiryhmää; tai

3. näiden seokset; ja

II. konsentroitu nestemäinen koostumus, joka sisältää;

(A) noin 15 - noin 50 % biohajoavaa tekstiilejä pehmentävää diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä; ja

(B) noin 0,1 - noin 30 % viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiainetta, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

1. yhden pitkän alkyyliketjun sisältävä kationinen pinta-aktiivinen aine;

2. ioniton pinta-aktiivinen aine, jossa on vähintään 8 etoksiryhmää; tai

3. näiden seokset; ja

(C) nestemäistä kantaja-ainetta;

jossa veden määrä nestemäisessä kantaja-aineessa on suurempi kuin noin 50 %, edullisesti suurempi kuin noin 80 % kantaja-aineen painosta, ja mainitusta tekstiilejä pehmentävästä diesteri-kvaternaarisesta ammoniumyhdisteestä on vähintään 80 % diesteriä.

Yhden pitkän ketjun kvaternaariset ammoniumyhdisteet, erityisesti sellaiset, jotka sisältävät myös esterisidoksen sekä erityiset suhteellisen voimakkaasti etoksyloidut ionittomat pinta-aktiiviset aineet tai näiden seokset, tuottavat ja ylläpitävät konsentroituja koostumuksia, joilla on matala viskositeetti ja/tai parantunut dispergoituvuus. Useat materiaalit, kuten jäljempänä kuvataan, mukaan lukien esim. olennaiselta osin lineaariset rasvahapon ja/tai rasva-alkoholin monoesterit missä tahansa diesteri-kvaternaarisen ammoniumyhdisteen esiseoksessa, III, joita kuvataan yksityiskohtaisesti jäljempänä, joita käytetään mainittujen konsentroitujen tekstiilien pehmennysaineiden valmistamiseen, parantavat juoksevuutta joko yksinään tai yhdistelminä (B):n kanssa.

Nämä koostumukset voivat olla konsentroituja vesipohjaisia nesteitä, jotka sisältävät noin 15 - noin 50 %, edullisesti noin 15 - noin 35 %, edullisemmin noin 15 - noin 30 % mainittua biohajoavaa diesteri-pehmennysyhdistettä, tai ne voivat olla konsentroituja jauhemaisiksi kiintoaineiksi, jotka sisältävät noin 50 - noin 95 %, edullisesti noin 60 - noin 90 % mainittua pehmentävää yhdistettä, mikä on erittäin edullista.

Toisessa tämän keksinnön näkökulmassa vettä voidaan lisätä näihin jauhemaisiin kiinteisiin koostumuksiin muodostaen laimeita tai konsentroituja nestemäisiä pehmennyskoostumuksia, joissa mainitun diesteri-pehmennysyhdisteen pitoisuus on noin 5 - noin 50 %, edullisesti noin 5 - 35 %, edullisemmin noin 5 - 30 %. Jauhemaista kiinteää koostumusta (1) voidaan myös käyttää suoraan huuhteluvedessä tuottamaan sopivan käyttöpitoisuuden (esim. noin

10 - noin 1 000 ppm, edullisesti noin 50 - noin 500 ppm aktiivisen aineen kokonaismäärästä). Nestemäiset koostumukset voidaan lisätä huuhteluun samojen käyttöpitoisuuksien tuottamiseksi. Edut lisättäessä vettä jauhemaiseen kiinteään koostumukseen vesipohjaisten koostumusten muodostamiseksi lisättäviksi huuhteluveteen käsittävät kyvyn siirtää vähemmän painoa tehden kuljetuksen taloudellisemmaksi, sekä kyvyn muodostaa nestemäisiä koostumuksia, jotka ovat samanlaisia kuin ne, joita normaalisti myydään kuluttajille, pienemmällä energian kulutuksella (eli pienemmällä leikkausvoimalla ja/tai matalammassa lämpötilassa) ja (2) yksinkertaistamalla pehmennyskoostumusten mittaamista ja dispergoimista.

Vielä eräs tämän keksinnön näkökulma käsittää matalan viskositeetin esiseokset, jotka on valmistettu konsentroitujen tekstiilienpehmennyskoostumusten valmistamisen aikana.

Keksinnön yksityiskohtainen kuvaus

(A) Diesteri-kvaternaarinen ammoniumyhdiste (DEQA)

Tämä keksintö sisältää DEQA:ta olennaisena komponenttina:

I. kiinteissä koostumuksissa: noin 50 - noin 95 %, edullisesti noin 60 - noin 90 %, ja

II. nestemäisissä koostumuksissa: noin 15 - noin 50 %, edullisesti noin 15 - noin 35 %, edullisemmin noin 15 - noin 30 %, mainittua tekstiilejä pehmentävää diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä (DEQA), edullisesti DEQA:ta jolla on kaava:

$$(R)_{4-m} - N^+ - [(CH_2)_n - Y - R^2]_m \; X^-$$

jossa

kukin Y = -O-(O)C-, tai -C(O)-O-;

m = 2 tai 3;

kukin n = 1 - 4;

kukin substituentti R on lyhytketjuinen C_{1-6}-, edullisesti C_{1-3}-alkyyli- tai hydroksialkyyliryhmä, esim. metyyli (edullisin), etyyli, propyyli, hydroksietyyli ja vastaavat, bentsyyli tai näiden seokset; kukin R^2 on pitkäketjuinen C_{12-22}-hiilivety- tai substituoitu hiilivetysubstituentti, edullisesti C_{15-19}-alkyyli ja/tai alkyleeni, edullisimmin suoraketjuinen C_{15-17}-alkyyli ja/tai alkyleeni; ja vastaioni, X^-, voi olla mikä tahansa pehmennysaineen kanssa yhteen sopiva anioni, esimerkiksi kloridi, bromidi, metyylisulfaatti, formaatti, sulfaatti, nitraatti ja vastaavat.

Edellytetään että substituentit R ja R^2 voivat valinnaisesti olla substituoituja erilaisilla ryhmillä, kuten alkoksyyli- tai hydroksyyliryhmillä, ja/tai ne voivat olla tyydyttyneitä, tyydyttymättömiä, suoria ja/tai haaroittuneita niin kauan kuin ryhmät R^2 säilyttävät niiden pohjimmiltaan hydrofobisen luonteen. Edullisten yhdisteiden voidaan käsittää olevan diesterimuunnelmia ditalidimetyyliammoniumkloridista (DTDMAC), joka on laajalti käytetty tekstiilien pehmennysaine. Ainakin 80 % DEQA:sta on diesterimuodossa, ja 0 - 20 % voi olla DEQA-monoesteriä (esim. ainoastaan yksi $-Y-R^2$-ryhmä).

Tässä käytettynä, silloin kun disesteri on määritelty, se käsittää monoesterin, jota on normaalisti läsnä, mutta ei ylimääräistä monoesteriä, joka on lisättyä. Pehmennystä varten diesterin prosenttiosuuden tulisi olla niin suuri kuin mahdollista, edullisesti enemmän kuin 90 %.

Edellä kuvatut yhdisteet, joita käytetään primaarisena aktiivisena pehmentävänä ainesosana tämän keksinnön mukaisessa käytännössä, voidaan valmistaa käyttäen standardireaktiokemiaa. Eräässä DTDMAC:n diesterimuunnelman synteesissä amiini, jonka kaava on $RN(CH_2CH_2OH)_2$, esteröidään molemmista hydroksyyliryhmistä happokloridilla, jonka kaava on $R^2C(O)Cl$, sitten se kvaternoidaan alkyylihalogenidilla, RX, halutun reaktiotuotteen saamiseksi (joissa

R ja R^2 ovat kuten edellä määriteltiin). Menetelmää edullisen diesteri-pehmennysyhdisteen syntetisoimiseksi on kuvattu yksityiskohtaisesti jäljempänä. Kemian alan tuntijat tietävät kuitenkin, että tämä reaktiosarja sallii laajan yhdistevalikoiman valmistamisen. Seuraavat ovat ei-rajoittavia esimerkkejä (joissa kaikki pitkäketjuiset alkyylisubstituentit ovat suoraketjuisia):

$[HO\text{-}CH(CH_3)CH_2][CH_3]^+N[CH_2CH_2OC(O)C_{15}H_{31}]_2\ Br^-$

$[C_2H_5]_2{}^+N[CH_2CH_2OC(O)C_{17}H_{35}]_2\ Cl^-$

$[CH_3][C_2H_5]_2{}^+N[CH_2CH_2OC(O)C_{13}H_{27}]_2\ I^-$

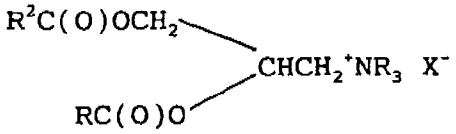
$[C_3H_7][C_2H_5]_2{}^+N[CH_2CH_2OC(O)C_{15}H_{31}]_2\ SO_4{}^-CH_3$

$[CH_3]_2{}^+N\text{-}CH_2CH_2OC(O)C_{15}H_{31}\ Cl^-$

$\quad\quad\quad

hais-, etikka-, metyylisulfoni- ja etyylisulfonihappo. Edullisia happoja ovat vetykloridi- ja fosforihapot.

Näillä tekstiilejä pehmentävillä diesteri-kvaternaarisilla ammoniumyhdisteillä (DEQA) voi olla myös yleinen kaava:



jossa R:llä, R^2:lla ja X:llä on samat merkitykset kuin edellä. Tällaisiin yhdisteisiin kuuluvat ne, joilla on kaava:

$$[CH_3]_3^+ \; N[CH_2CH(CH_2OC[O]R^2)OC(O)R^2] \; Cl^-$$

jossa $\cdot OC(O)R^2$ on peräisin kovetetusta talista.

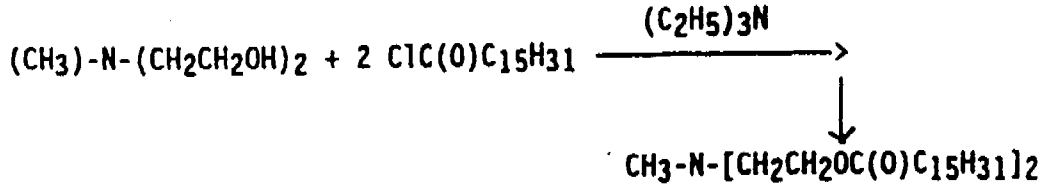
Kukin R on edullisesti metyyli- tai etyyliryhmä ja kukin R^2 on edullisesti alueella C_{15-19}. Haaroittumisen, substituution ja/tai tyydyttymättömyyden asteita voi olla läsnä alkyyliketjuissa. Molekyylin anioni X^- on edullisesti vahvan hapon anioni ja se voi olla esimerkiksi kloridi, bromidi, jodidi, sulfaatti tai metyylisulfaatti; anionilla voi olla kaksinkertainen varaus, missä tapauksessa X^- esittää puolta ryhmää. Nämä yhdisteet, yleisesti, ovat vaikeampia formuloida stabiileiksi konsentroiduiksi nestemäisiksi koostumuksiksi.

Nämä yhdistetyypit sekä yleiset menetelmät niiden tekemiseksi on kuvattu Naik et al.:n US-patentissa 4 137 180, myönnetty 30. tammikuuta 1979, sisällytetty tähän viitteeksi.

Diesteri-kvaternaarisen ammoniumyhdisteen synteesi

Tässä käytettävän edullisen biohajoavan diesteri-kvaternaarisen ammonium-pehmennysyhdisteen synteesi voidaan suorittaa seuraavalla kaksivaiheisella menetelmällä:

Vaihe A. amiinin syntetisointi

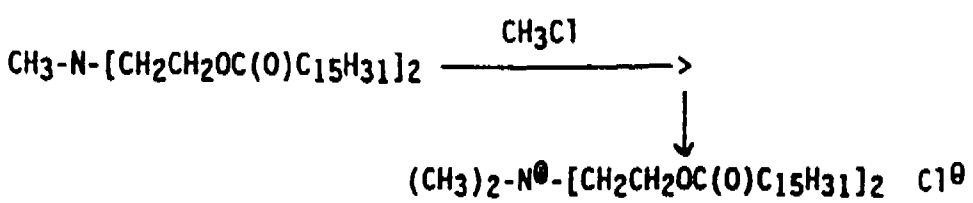


0,6 mol dietanolimetyyliamiinia sijoitettiin 3 litran 3-kaulakolviin, joka oli varustettu palautusjäähdyttimellä, argon- (tai typpi-) syötöllä ja kahdella lisäyssuppilolla. Toiseen lisäyssuppiloon sijoitettiin 0,4 mol trietyyliamiinia ja toiseen lisäyssuppiloon sijoitettiin 1,2 moolia palmitoyylikloridia 1:1-liuoksena metyylikloridin kanssa. Metyleenikloridia (750 ml) lisättiin amiinin sisältävään reaktiokolviin ja lämmitettiin 35 °C:seen (vesihauteella). Trietyyliamiini lisättiin tipoittain ja lämpötila kohotettiin 40 - 45 °C:seen samalla sekoittaen yhden tunnin aikana. Palmitoyylikloridi/metyleenikloridi-liuos lisättiin tipoittain ja seoksen annettiin lämmetä 40 - 45 °C:ssa inertissä ympäristössä yön yli (12 - 16 h).

Reaktioseos jäähdytettiin huoneenlämpötilaan ja laimennettiin kloroformilla (1500 ml). Tuotteen kloroformiliuos sijoitettiin erotussuppiloon (4 l) ja pestiin kylläisellä NaCl:lla, laimealla $CA(OH)_2$:lla, 50-%:isella K_2CO_3:lla (3 kertaa)* ja lopuksi kylläisellä NaCl:lla. Orgaaninen kerros otettiin talteen ja kuivattiin $MgSO_4$:lla, suodatettiin ja liuottimet poistettiin pyöröhaihdutuksella. Lopullinen kuivaus suoritettiin voimakkaassa alipaineessa (0,25 mm Hg).

* Huom. 50-%:inen K_2CO_3-kerros on kloroformikerroksen alapuolella.

Vaihe B. kvaternarisointi



0,5 mol metyylidietanolipalmitaattiamiinia vaiheesta B sijoitettiin autoklaavin syöttimeen yhdessä 200 - 300 ml:n asetonitriilia (vedetöntä) kanssa. Sitten näyte sijoitettiin autoklaaviin ja huuhdeltiin kolme kertaa N_2:lla (16 275 mm Hg/21,4 ATM) ja kerran CH_3Cl:lla. Reaktioseosta lämmitettiin 80 °C:ssa 4,7 ATM:n CH_3Cl-paineen alaisena 24 tunnin ajan. Sitten autoklaavin syötin poistettiin reaktioseoksesta. Näyte liuotettiin kloroformiin ja liuotin poistettiin pyöröhaihduttimella, mitä seurasi kuivaus voimakkaassa alipaineessa(0,25 mm Hg).

(B) Viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineet

(B)(1) Yhden pitkän alkyyliketjun kationinen pinta-aktiivinen aine

Yhden pitkän alkyyliketjun (vesiliukoiset) kationiset pinta-aktiiviset aineet:

I. ovat kiinteissä koostumuksissa määrinä 0 - noin 15 %, edullisesti noin 3 - noin 15 %, edullisemmin noin 5 - noin 15 %, ja

II. ovat nestemäisissä koostumuksissa määrinä 0 - noin 15 %, edullisesti noin 0,5 - noin 10 %, läsnä olevan yhden pitkän ketjun kationisen pinta-aktiivisen aineen määrän ollessa vähintään tehokas määrä.

Tällaiset yhden pitkän alkyyliketjun kationiset pinta-aktiiviset aineet, jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä ovat edullisesti kvaternaarisia ammoniumsuoloja, joilla on yleinen kaava:

$$[R^2N^+R_3]\ X^-$$

jossa ryhmä R^2 on C_{10-22}-hiilivetyryhmä, edullisesti C_{12-18}-alkyyliryhmä tai vastaava esterisidoksella katkaistu ryhmä, jossa on lyhyt alkyleeniryhmä (C_{1-4}) esterisidoksen ja N:n välissä, ja jossa on samanlainen hiilivetyryhmä, esim. rasvahappoesteri koliinista, edullisesti C_{12-14} (coco) ko-

liiniesteri ja/tai C_{16-18}-talikoliiniesteri. Kukin R on C_{1-4}-alkyyli tai substituoitu (esim. hydroksi) alkyyli, tai vety, edullisesti metyyli, ja vastaioni X^- on pehmennysaineen kanssa yhteensopiva anioni, esimerkiksi kloridi, bromidi, metyylisulfaatti jne.

Edellä esitetyt alueet edustavat sitä yhden pitkän alkyyliketjun kationisen pinta-aktiivisen aineen määrää, joka lisätään tämän keksinnön mukaiseen koostumukseen. Nämä alueet eivät sisällä sitä monoesterin määrää, joka jo on läsnä komponentissa (A), diesteri-kvaternaarisessa ammoniumyhdisteessä, läsnä olevan kokonaismäärän ollessa vähintään tehokas määrä.

Yhden pitkän alkyyliketjun kationisen pinta-aktiivisen aineen pitkäketjuinen ryhmä R^2 sisältää tyypillisesti alkyleeniryhmän, jossa on noin 10 - 22 hiiliatomia, edullisesti noin 12 - noin 16 hiiliatomia kiinteissä koostumuksissa ja edullisesti noin 12 - noin 18 hiiliatomia nestemäisissä koostumuksissa. Tämä ryhmä R^2 voi olla kiinnittynyt kationiseen typpiatomiin sellaisen ryhmän kautta, joka sisältää yhden tai useampia yhdistäviä esteri-, amidi-, eetteri-, amiini-, jne., edullisesti esteriryhmiä, jotka voivat olla toivottavia kohonneen hydrofiilisyyden, biohajoavuuden, jne. kannalta. Tällaiset silloittavat ryhmät ovat edullisesti noin kolmen hiiliatomin sisällä typpiatomista. Sopivia biohajoavia yhden pitkäketjuisen alkyylin kationisia pinta-aktiivisia aineita, jotka sisältävät esterisidoksen pitkässä ketjussa, on kuvattu Hardyn ja Walleyn US-patentissa 4 840 738, myönnetty 20. heinäkuuta 1989, mainitun patentin ollessa sisällytetty tähän viitteeksi.

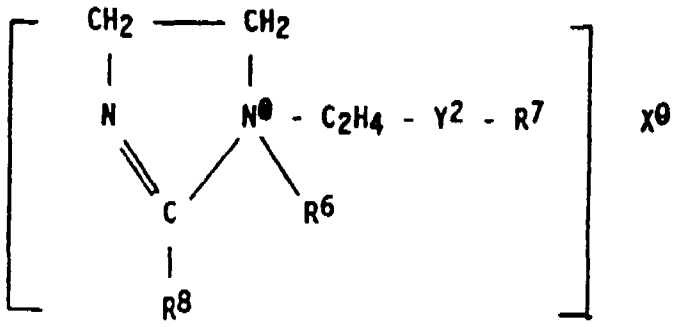
Mikäli käytetään vastaavia kvaternoimattomia amiineja, pitää mikä tahansa happo (edullisesti mineraali- tai polykarboksyylihappo), jota on lisätty esteriryhmien pitämiseksi stabiileina, myös amiinin protonoituna koostumuksissa ja edullisesti huuhtelun aikana siten, että amiinis-

sa on kationinen ryhmä. Koostumus puskuroidaan (pH välillä noin 2 - noin 5, edullisesti noin 2 - noin 4) sopivan, tehokkaan varaustiheyden ylläpitämiseksi vesipohjaisessa nestemäisessä konsentraattituotteessa ja sitä edelleen laimennettaessa esim. vähemmän konsentroidun tuotteen muodostamiseksi ja/tai lisättäessä sitä pyykinpesuprosessin huuhteluohjelmaan.

Edellytetään, että vesiliukoisen pinta-aktiivisen aineen tärkein tarkoitus on alentaa viskositeettia ja/tai lisätä diesteripehmennysaineen dispergoituvuutta, eikä sen vuoksi ole olennaista, että itse kationisella pinta-aktiivisella aineella olisi merkittäviä pehmentäviä ominaisuuksia, vaikka näin saattaakin olla. Siispä pinta-aktiiviset aineet, joilla on ainoastaan yksi pitkä alkyyliketju oletettavasti siitä syystä, että niillä on suurempi vesiliukoisuus, voivat suojata diesteripehmennysainetta vuorovaikuttamasta niiden anionisten pinta-aktiivisten aineiden ja/tai pesuaineen buildereiden kanssa, jotka kulkeutuvat huuhteluveteen saakka.

Muita kationisia materiaaleja, joissa on rengasrakenteita, kuten alkyyli-imidatsoliinia, imidatsolidiinia, pyridiiniä sekä pyridiinisuoloja, joissa on yksi C_{12-30}-alkyyliketju voidaan myös käyttää. Erittäin alhainen pH vaaditaan stabiloimaan esim. imidatsoliini-rengasrakenteita.

Eräillä alkyyli-imidatsoliinisuoloilla, jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä, on seuraava yleinen kaava:



jossa Y^2 on -C(O)-O-, -O-(O)-C-, -C(O)-N(R^5), tai -N(R^5)-C(O)-, joissa R^5 on vety tai C_{1-4}-alkyyliradikaali; R^6 on C_{1-4}-alkyyliradikaali; R^7 ja R^8 ovat kukin erikseen valittuja edellä yhden pitkän ketjun kationiselle pinta-aktiiviselle aineelle määritellyistä R:stä ja R^2:sta, ainoastaan toisen ollessa R^2.

Eräillä tässä keksinnössä käyttökelpoisilla alkyylipyridiinisuoloilla on yleinen kaava:



jossa R^2 ja X^- ovat kuten edellä määriteltiin. Tyypillinen tämäntyyppinen materiaali on setyylipyridiinikloridi.

(B)(2) Ioniton pinta-aktiivinen aine (alkoksyloidut materiaalit)

Sopivia ionittomia pinta-aktiivisia aineita toimimaan viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina ovat etyleenioksidin ja valinnaisesti propyleenioksidin additiotuotteet rasva-alkoholien, rasvahappojen, rasvaamiinien jne. kanssa.

Mitä tahansa alkoksyloiduista materiaaleista, jotka ovat seuraavassa kuvattua erityistä tyyppiä, voidaan käyttää ionittomana pinta-aktiivisena aineena. Yleisesti ottaen nämä ionittomat aineet yksinään käytettyinä ovat kiinteissä koostumuksissa läsnä määränä noin 5 - noin 20 %, edullisesti noin 8 - noin 15 %, ja nestemäisissä koostumuksissa niitä on määränä 0 - noin 5 %, edullisesti noin 0,1 - noin 5 %, edullisemmin noin 0,2 - noin 3 %. Sopivat yhdisteet ovat olennaiselta osin vesiliukoisia pinta-aktiivisia aineita, joilla on yleinen kaava:

$$R^2 - Y - (C_2H_4O)_z - C_2H_4OH$$

jossa R^2 on sekä kiinteissä että nestemäisissä koostumuksissa valittu ryhmästä joka muodostuu primaarisista, sekundaarisista ja haaraketjuisista alkyyli- ja/tai asyylihiilivetyryhmistä; primaarisista, sekundaarisista ja haaraketjuisista alkenyylihiilivetyryhmistä; sekä primaarisista, sekundaarisista ja haaraketjuisista alkyyli- ja alkenyylisubstituoiduista fenolisista hiilivetyryhmistä; mainittujen hiiliveyryhmien hiilivetyketjun pituuden ollessa noin 8 - noin 20, edullisesti noin 10 - noin 18 hiiliatomia. Vielä edullisemmin hiilivetyketjun pituus nestemäisissä koostumuksissa on noin 16 - noin 18 hiiliatomia ja kiinteissä koostumuksissa noin 10 - noin 14 hiiliatomia. Näiden etoksyloitujen ionittomien pinta-aktiivisten aineiden yleisessä kaavassa Y on tyypillisesti -O-, -C(O)O-, -C(O)N(R)- tai -C(O)N(R)R-, joissa R^2:lla ja R:llä, silloin kun ne ovat läsnä, on edellä esitetyt merkitykset, ja/tai R voi olla vety ja z on vähintään noin 8, edullisesti vähintään noin 10 - 11. Pehmennyskoostumuksen suorituskyky ja tavallisesti stabiilisuus vähenevät silloin kun läsnä on vähemmän etoksylaattiryhmiä.

Tässä käytettäville ionittomille pinta-aktiivisille aineille on tunnusomaista HLB-arvo (hydrofiili-lipofiilitasapaino), joka on välillä noin 7 - noin 20, edullisesti noin 8 - noin 15. R^2:n ja etoksylaattiryhmien lukumäärän määritteleminen määrää luonnollisesti yleisesti pinta-aktiivisen aineen HLB-arvon. On kuitenkin huomattava, että tässä käyttökelpoiset ionittomat etoksyloidut pinta-aktiiviset aineet konsentroituja nestemäisiä koostumuksia varten, sisältävät suhteellisen pitkäketjuisia R^2-ryhmiä ja ne ovat suhteellisen voimakkaasti etoksyloituja. Vaikka pinta-aktiivisilla aineilla, joissa on lyhyemmät alkyyliketjut ja joilla on lyhyet etoksyloidut ryhmät, saattaa olla oikea HLB-arvo, eivät ne ole tässä yhtä tehokkaita.

Ionittomat pinta-aktiiviset aineet viskositeetin/-dispergoituvuuden modifiointiaineina ovat edullisia muihin

tässä kuvattuihin modifiointiaineisiin nähden koostumuksissa, joissa on suuremmat hajusteen määrät.

Seuraavassa on esimerkkejä ionittomista pinta-aktiivisista aineista. Tämän keksinnön mukaiset ionittomat pinta-aktiiviset aineet eivät rajoitu näihin esimerkkeihin. Esimerkeissä kokonaisluku määrittelee molekyylissä olevien etoksyyliryhmien (EO) lukumäärän.

A. Suoraketjuiset primaariset alkoholialkoksylaatit

N-heksadekanolin ja n-oktadekanolin deka-, undeka-, dodeka-, tetradeka- ja pentadeka-etoksylaatit, joiden HLB on tässä määritellyllä alueella ovat käyttökelpoisia viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineita tämän keksinnön mukaisessa yhteydessä. Esimerkkejä tässä näiden koostumusten viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina käyttökelpoisista etoksyloiduista primaarisista alkoholeista ovat n-C_{18}EO(10) ja n-C_{10}EO(11). "Talin" ketjunpituusalueella olevien luonnolisten tai synteettisten alkoholien etoksylaatit ovat myös tässä käyttökelpoisia. Erityisiä esimerkkejä tällaisista materiaaleista ovat talialkoholi-EO(11), talialkoholi-EO(18) ja talialkoholi-EO(25).

B. Suoraketjuiset sekundaariset alkoholialkoksylaatit

3-heksadekanolin, 2-oktadekanolin, 4-eikosanolin ja 5-eikosanolin deka-, undeka-, dodeka-, tetradeka-, pentadeka-, oktadeka- ja nonadekaetoksylaatit, joiden HLB on tässä määritellyllä alueella ovat käyttökelpoisia viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineita tämän keksinnön mukaisessa yhteydessä. Esimerkkejä tässä näiden koostumusten viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina käyttökelpoisista etoksyloiduista primaarisista alkoholeista ovat: 2-C_{16}EO(11), 2-C_{20}EO(11) ja 2-C_{16}EO(14).

C. Alkyylifenolialkoksylaatit

Kuten alkoholialkoksylaattien tapauksessa ovat heksa- - oktadekaetoksylaatit alkyloiduista fenoleista, eri-

tyisesti monohydrisistä alkyylifenoleista, joiden etoksylaattien HLB on tässä esitetyllä alueella käyttökelpoisia viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina näissä koostumuksissa. P-tridekyylifenolin, m-pentadekyylifenolin ja vastaavien heksa- - oktadekaetoksylaatit ovat tässä käyttökelpoisia. Esimerkkejä viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina näissä seoksissa käyttökelpoisista etoksyloiduista alkyylifenoleista ovat p-tridekyylifenoli-EO(11) ja p-pentadekyylifenoli-EO(18).

Tässä käytettynä ja alalla yleisesti tunnustetusti fenyleeniryhmä ionittoman aineen kaavassa on ekvivalentti sellaiseen alkyleeniryhmään nähden, joka sisältää 2 - 4 hiiliatomia. Näitä tarkoituksia varten ionittomien aineiden, jotka sisältävät fenyleeniryhmän käsitetään sisältävän ekvivalentin lukumäärän hiiliatomeja laskettuna alkyyliryhmän hiiliatomien ja noin 3,3 hiiliatomin kutakin fenyleeniryhmää kohti summana.

D. Olefiiniset alkoksylaatit

Alkenyylialkoholeja sekä primaarisia, sekundaarisia että alkenyylifenoleita, jotka vastaavat niitä, jotka juuri edellä kuvattiin, voidaan etoksyloida HLB-arvoon, joka on tässä määritellyllä alueella, ja käyttää niitä viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina näissä koostumuksissa.

E. Haaraketjuiset alkoksylaatit

Haaraketjuisia primaarisia ja sekundaarisia alkoholeja, jotka ovat saatavissa hyvin tunnetulla "OXO"-menetelmällä, voidaan etoksyloida ja käyttää viskositeetin/-dispergoituvuuden modifiointiaineina näissä koostumuksissa.

Edellä mainitut etoksyloidut ionittomat pinta-aktiiviset aineet ovat käyttökelpoisia näissä koostumuksissa yksinään tai yhdistelminä, ja termi "ioniton pinta-aktiivinen aine" käsittää myös seokset ionittomista pinta-aktiivisista aineista.

(B)(3) Seokset

Termi "seos" käsittää ionittoman pinta-aktiivisen aineen ja yhden pitkän alkyyliketjun kationisen pinta-aktiivisen aineen lisättynä koostumukseen DEQA:ssa mahdollisesti läsnä olevan monoesterin lisäksi.

Seokset edellä kuvatuista viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiainesta ovat erittäin toivottavia. Yhden pitkän ketjun kationinen pinta-aktiivinen aine tuottaa parantuneen dispergoituvuuden ja suojan primaariselle DEQA:lle niitä anionisia pinta-aktiivisia aineta ja/tai pesuaineen buildereita vastaan, jotka kulkeutuvat pesuliuoksesta.

Viskositeetin/dispergoituvuudenmodifiointiaineiden seokset ovat läsnä kiinteissä koostumuksissa määränä noin 3 - noin 30 %, edullisesti noin 5 - noin 20 %, ja nestemäisissä koostumuksissa määränä noin 0,1 - noin 30 %, edullisesti noin 0,2 - noin 20 % koostumuksen painosta.

III. Matalan viskositeetin esiseoskoostumus, joka sisältää diesteri-kvaternaarista ammoniumyhdistettä ja esiseoksen fluidisointiaineita

Tämän keksinnön mukainen esiseoskoostumus muodostuu olennaiselta osin DEQA:sta, valinnaisesti, viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaineesta sekä esiseoksen fluidisointiaineesta. Sula esiseos käytetään joko kiintoaineen muodostamiseen jäähdyttämällä ja/tai poistamalla liuotin tai konsentroitujen nesteiden muodostamiseen esim. ruiskuttamalla se vesipohjaiseen nestemäiseen kantaja-aineeseen, edullisesti suurella leikkausvoimalla.

Saattaa olla edullista käyttää DEQA:n sulassa esiseoksessa tehokas määrä fluidisointiainetta tämän keksinnön mukaisia koostumuksia formuloitaessa, erityisesti konsentroituja vesipohjaisia nestemäisiä koostumuksia. Esiseoksen viskositeetin tulisi edullisesti olla noin 10 000 cps tai vähemmän, edullisesti noin 4 000 cps tai vähemmän, edullisemmin noin 2 000 cps tai vähemmän. Sulan esiseoksen

lämpötila on noin 100 °C tai alempi, edullisesti noin 95 °C tai alempi, edullisemmin noin 85 °C tai alempi.

Käyttökelpoisia esiseoksen fluidisointiaineita ovat ne, jotka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

1. noin 1 - noin 15 %, edullisesti noin 2 - noin 10 % lineaarisia rasvamonoestereitä, kuten matalan moolimassan alkoholien rasvahappoestereitä, joiden suhde DEQA:aan on noin 1:5 - noin 1:100, edullisesti noin 1:10 - noin 1:50;

2. noin 2 - noin 25 %, edullisesti noin 4 - noin 15 % lyhytketjuisia (C_{1-3}) alkoholeja, joiden suhde DEQA:aan on on noin 1:3 - noin 1:50, edullisesti noin 1:5 - noin 1:25;

3. noin 1 - noin 40 %, edullisesti noin 2 - noin 30 % di-substituoituja imidatsoliiniesteri-pehmennysyhdisteitä, joiden suhde DEQA:aan on noin 2:3 - noin 1:100, edullisesti noin 1:2 - noin 1:50;

4. noin 1 - noin 20 %, edullisesti noin 2 - noin 10 % rasva-alkyyli-imidatsoliinialkoholeja, joiden suhde DEQA:aan on on noin 1:4 - noin 1:100, edullisesti noin 1:8 - noin 1:50;

5. noin 1 - noin 35 %, edullisesti noin 2 - noin 25 % edellä kuvattuja (B)(1) vesiliukoisia yhden pitkän alkyyliketjun kationisia pinta-aktiivisia aineita, erityisesti monorasva-alkyyli-, esim. talialkyyli-, trimetyyliammoniumkloridia, jonka suhde DEQA:aan on välillä noin 1:2 - noin 1:100, edullisesti noin 1:3 - noin 1:50;

6. noin 1 - noin 40 %, edullisesti noin 2 - noin 25 % C_{10-22} kahden pitkän ketjun amiineja, kahden pitkän ketjun esteriamiineja, yhden pitkän ketjun amiineja, yhden pitkän ketjun esteriamiineja, alkyleenipolyammoniumsuoloja (esim. lysiini ja 1,5-diammonium-2-metyylipentaanidihydrokloridi), ja/tai amiinioksideja. Näiden suhde DEQA:aan on noin 1:2 - noin 1:100, edullisesti noin 1:4 - noin 1:50;

7. noin 1 - noin 25 %, edullisesti noin 2 - noin 10 % C_{10-22}-alkyyli- tai alkenyylimeripihka-anhydridejä tai -happoja ja/tai C_{10-22}-pitkäketjuisia rasva-alkoholeja ja rasvahappoja. Näiden suhde DEQA:aan on noin 1:3 - noin 1:100, edullisesti noin 1:10 - noin 1:50; ja

8. näiden seokset.

Esiseoksen fluidisointiaineet on edullisesti valittu ryhmästä, johon kuuluvat 1, 3, 4, 5 sekä näiden seokset.

Lyhytketjuiset alkoholit (matalan moolimassan alkoholit), rasva-alkoholit sekä rasvahapot, sekoitettuna DEQA:n ja viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaineeseen, tuottavat juoksevia esiseoskoostumuksia, mutta nämä komponentit eivät ole edullisia stabiileissa konsentroiduissa nestemäisissä tuotteissa. Edullisemmin tämän keksinnön mukaisten konsentroitujen vesipohjaisten nestemäisten koostumusten tulisi olla olennaiselta osin puhtaita matalan moolimassan alkoholeista, rasva-alkoholeista ja rasvahapoista, paremman stabiilisuuden vuoksi.

Lineaarisia rasvamonoestereitä, joita jäljempänä kuvataan yksityiskohtaisemmin, voidaan lisätä DEQA-esiseokseen fluidisointiaineiksi. Eräs esimerkki DEQA-esiseoksen fluidisointiaineista on metyylitallovaatti.

Kuten edellä esitettiin, on mahdollinen vesiliukoisen kationisen pinta-aktiivisen materiaalin lähde DEQA itse. Raaka-aineena DEQA sisältää pienen osuuden monoesteriä. Monoesteriä voidaan muodostaa joko epätäydellisellä esteröinnillä tai hydrolysoimalla pieni määrä DEQA:ta ja sen jälkeen uuttamalla rasvahapposivutuote. Yleisesti tämän keksinnön mukainen koostumuksen tulisi sisältää ainoastaan pieniä määriä, ja edullisesti olennaisesti ei lainkaan, vapaata rasvahapposivutuotetta tai vapaita rasvahappoja muista lähteistä, koska ne estävät koostumuksen tehokasta työstämistä. Vapaan rasvahapon määrä tämän keksinnön mukaisissa koostumuksissa ei ole suurempi kuin noin 5 %

koostumuksen painosta ja edullisesti ei suurempi kuin noin 25 % diesteri-kvaternaarisen ammoniumyhdisteen painosta.

Disubstituoituja imidatsoliiniesteri-pehmennysyhdisteitä, imidatsoliinialkoholeja sekä monotalitrimetyyliammoniumkloridia on kuvattu edellä ja jäljempänä.

(C) Valinnaiset ainesosat

Edellä esitettyjen komponenttien lisäksi koostumuksessa voi olla yhtä tai useampia seuraavista valinnaisista ainesosista.

(1) Nestemäinen kantaja-aine

Näissä koostumuksissa käytetty nestemäinen kantaja-aine on edullisesti vettä johtuen sen matalista kustannuksista, suhteellisesta saatavuudesta, turvallisuudesta ja ympäristöyhteensopivuudesta. Veden määrä nestemäisessä kantaja-aineessa on suurempi kuin noin 50 %, edullisesti suurempi kuin noin 80 %, edullisemmin suurempi kuin noin 85 % kantaja-aineen painosta. Nestemäisen kantaja-aineen määrä on suurempi kuin noin 50 %, edullisesti suurempi kuin noin 65 %, edullisemmin suurempi kuin noin 70 %. Veden ja matalan moolimassan, esim. <100, orgaanisen liuottimen, esim. alemman alkoholin kuten etanolin, propanolin, isopropanolin tai butanolin seokset ovat käyttökelpoisia kantajanesteenä. Matalan moolimassan alkoholeja ovat monohydriset, dihydriset (glykoli jne.), trihydriset (glyseroli jne.) sekä polyhydriset (polyolit) alkoholit.

(2) Olennaiselta osin lineaariset rasvahappo- ja/tai rasva-alkoholimonoesterit

Valinnaisesti tämän keksinnön mukaiseen koostumukseen voidaan lisätä olennaiselta osin lineaarista rasvamonoesteriä ja sitä on usein läsnä ainakin pieni määrä vähäisenä ainesosana DEQA-raaka-aineessa.

Olennaiselta osin lineaaristen rasvahappojen ja/tai -alkoholien monoesterit, jotka auttavat mainittua modifiointiainetta, sisältävät noin 12 - noin 25, edullisesti noin 13 - noin 22, edullisemmin noin 16 - noin 20 hiili-

atomia yhteensä, rasvaryhmän, joko happaman tai alkoholisen, sisältäessä noin 10 - noin 22, edullisesti noin 12 - noin 18, edullisemmin noin 16 - noin 18 hiiliatomia. Lyhyempi ryhmä, joko alkoholinen tai hapan, sisältää noin 1 - noin 4, edullisesti noin 1 - noin 2 hiiliatomia. Edullisia ovat rasvahappoesterit alemmista alkoholeista, erityisesti metanolista. Näitä lineaarisia monoestereitä on toisinaan läsnä DEQA-raaka-aineessa tai niitä voidaan lisätä DEQA-esiseokseen esiseoksen fluidisointiaineina ja/tai lisätä auttamaan viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiainetta pehmennysaineen työstämisessä.

(3) Valinnainen ioniton pehmennysaine

Tämän keksinnön mukainen valinnainen pehmennysaine on ioniton tekstiilejä pehmentävä materiaali. Tällaisilla ionittomilla tekstiilejä pehmentävillä materiaaleilla on tyypillisesti HLB-arvo noin 2 - noin 9, tyypillisemmin noin 3 - noin 7. Tällaiset ionittomat tekstiilejä pehmentävät materiaalit ovat taipuvaisia dispergoitumaan helposti joko yksinään tai yhdistettynä muihin materiaaleihin, kuten edellä kuvattuun yhden pitkän alkyyliketjun kationiseen pinta-aktiiviseen aineeseen. Dispergoituvuutta voidaan parantaa käyttämällä enemmän yhden pitkän alkyyliketjun kationista pinta-aktiivista ainetta, seosta muiden jäljempänä kuvattujen aineiden kanssa, käyttämällä kuumempaa vettä ja/tai enemmän sekoitusta. Yleisesti valittujen materiaalien tulisi olla suhteellisen kiteisiä, korkeammalla sulavia (esim. >-50 °C) ja suhteellisen liukenemattomia veteen.

Valinnaisen ionittoman pehmennysaineen määrä kiinteässä koostumuksessa on tyypillisesti noin 10 - noin 40 %, edullisesti noin 15 - noin 30 % ja valinnaisen ionittoman pehmennysaineen suhde DEQA:aan on noin 1:6 - noin 1:2, edullisesti noin 1:4 - noin 1:2. Valinnaisen ionittoman pinta-aktiivisen aineen määrä nestemäisessä

koostumuksessa on tyypillisesti noin 0,5 - noin 10 %, edullisesti noin 1 - noin 5 %.

Edullisia ionittomia pehmennysaineita ovat rasvahappo-osittaisesterit polyhydrisistä alkoholeista tai niiden anhydridit, joissa alkoholi tai anhydridi sisältää 2 - noin 18, edullisesti 2 - noin 8 hiiliatomia, ja kukin rasvahapporyhmä sisältää noin 12 - noin 30, edullisesti noin 16 - noin 20 hiiliatomia. Tyypillisesti tällaiset pehmennysaineet sisältävät noin yhden - noin 3, edullisesti noin 2 rasvahapporyhmää molekyyliä kohti.

Esterin polyhydrinen alkoholiosa voi olla etyleeniglykoli, glyseroli, poly(esim. di-, tri-, tetra-, penta- ja/tai heksa-) glyseroli, ksylitoli, sakkaroosi, erytritoli, pentaerytritoli, sorbitoli tai sorbitani. Sorbitaniesterit ja polyglyserolimonostearaatti ovat erityisen edullisia.

Esterin rasvahappo-osuus on normaalisti peräisin rasvahapoista, joissa on noin 12 - noin 30, edullisesti noin 16 - noin 20 hiiliatomia, tyypillisiä esimerkkejä mainituista rasvahapoista ovat lauryylihappo, myristiinihappo, palmitiinihappo, steariinihappo ja beheenihappo.

Erittäin edullisia valinnaisia ionittomia pehmennysaineita tässä keksinnössä käytettäviksi ovat sorbitaniesterit, jotka ovat esteröityjä dehyrataatiotuotteita sorbitolista ja glyseroliestereistä.

Sorbitolia, joka tyypillisesti valmistetaan glukoosin katalyyttisellä hydrauksella, voidaan dehydratoida hyvin tunnetulla tavalla seosten 1,4- ja 1,5-sorbitolianhydrideistä sekä pienistä määristä isosorbideja valmistamiseksi. (Katso Brownin US-patentti 2 322 821, myönnetty 29. kesäkuuta, 1943, sisällytetään tähän viitteeksi.)

Edellä esitetyistä sorbitolin anhydridien monimutkaisten seosten tyypeistä käytetään tässä yhteisesti nimitystä "sorbitani". On huomattava, että tämä "sorbitani"-

seos sisältää myös jonkin verran vapaata, syklisoitumatonta sorbitolia.

Edulliset sorbitanipehmennysaineet jotka ovat tässä käytettyä tyyppiä, voidaan valmistaa esteröimällä "sorbitani"-seos rasva-asyyliryhmällä standarditavalla, esim. reaktiolla rasvahappohalogenidin tai rasvahapon kanssa. Esteröintireaktio voi tapahtua mihin tahansa saatavilla olevista hydroksyyliryhmistä, ja voidaan valmistaa erilaisia mono-, di- jne. estereitä. Itse asiassa tällaisista reaktioista on lähes aina tuloksena mono-, di-, tri- jne. estereiden seoksia, ja reagenssien stökiometrisiä suhteita voidaan yksinkertaisesti säätää halutun reaktiotuotteen suosimiseksi.

Sorbitaniesterimateriaalien tuottamiseksi kaupallisesti suoritetaan eetteröinti ja esteröinti yleensä samassa prosessivaiheessa antamalla sorbitolin reagoida suoraan rasvahappojen kanssa. Tällaista sorbitaniesterin valmistusmenetelmää on täydellisemmin kuvattu MacDonaldin artikkelissa "Emulsifiers:" Processing and Quality Control: Journal of the American Oil Chemists' Society, Vol. 45, lokakuu 1968.

Yksityiskohdat, kaava mukaan lukien, edullisista sorbitaniestereistä löytyvät US-patentista 4 128 848, joka sisällytettiin tähän viitteksi edellä.

Tietyt johdannaiset näistä edullisista sorbitaniestereistä, erityisesti niiden "alemmat" etoksylaatit (eli mono-, di- ja triesterit joissa yksi tai useammat esteröimättömistä -OH-ryhmistä sisältää yhdestä noin kahteenkymmeneen oksietyleeniryhmää [Tweenit^{R}]) ovat myös käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa. Sen vuoksi tämän keksinnön mukaisessa tarkoituksessa termi "sorbitaniesteri" käsittää tällaiset johdannaiset.

Tämän keksinnön mukaisissa tarkoituksissa on edullista että esteriseoksessa on mukana merkittävä määrä di- ja trisorbitaniestereitä. Esteriseokset joissa on 20 -

50 % monoesteriä, 25 - 50 % diesteriä ja 10 - 35 % tri- ja tetraestereitä, ovat edullisia.

Materiaali jota kaupallisesti myydään sorbitanimonoesterinä (esim. monostearaattina) sisältää itse asiassa merkittäviä määriä di- ja triestereitä, ja tyypillinen sorbitanimonostearaatin analyysi osoittaa, että se sisältää noin 27 % mono-, 32 % di- ja 30 % tri- ja tetraestereitä. Kaupallinen sorbitanimonostearaatti on sen vuoksi edullinen materiaali. Sorbitanistearaatin ja sorbitanipalmitaatin seokset, joiden stearaatti/palmitaatti-painosuhteet ovat välillä 10:1 - 1:10, sekä 1,5-sorbitaniesterut, ovat käyttökelpoisia. Sekä 1,4- että 1,5-sorbitaniesterit ovat tässä käyttökelpoisia.

Muita näissä pehmennyskoostumuksissa käyttökelpoisia alkyylisorbitaniestereitä ovat sorbitanimonolauraatti, sorbitanimonomyristaatti, sorbitanimonopalmitaatti, sorbitanimonobehenaatti, sorbitanimono-oleaatti, sorbitanidilauraatti, sorbitanidimyristaatti, sorbitanidipalmitaatti, sorbitanidistearaatti, sorbitanidibehenaatti, sorbitanidioleaatti sekä näiden seokset, sekä talialkyyli-sorbitanimono- ja diestereiden seokset. Tällaisia seoksia on helppo valmistaa antamalla edellä kuvattujen hydroksisubstituoitujen sorbitanien, erityisesti 1,4- ja 1,5-sorbitanien, reagoida vastaavan hapon tai happokloridin kanssa yksinkertaisessa esteröintireaktiossa. On luonnollisesti otettava huomioon, että tällä tavalla valmistetut kaupalliset materiaalit muodostuvat seoksista, jotka tavallisesti sisältävät pieniä määriä syklisoitumatonta sorbitolia, rasvahappoja, polymeerejä, isosorbidirakenteita ja vastaavia. Tässä keksinnössä on edullista että tällaiset epäpuhtaudet ovat läsnä niin pieninä määrinä kuin mahdollista.

Edulliset sorbitaniesterit tässä käytettäviksi voivat sisältää korkeintaan noin 15 paino-% C_{20-26}- ja korkeampia estereitä, rasvahappoja, samoin kuin C_8- tai sitä alempia rasvaestereitä.

Glyseroli- ja polyglyseroliesterit, erityisesti glyserolin, diglyserolin ja polyglyserolin mono- ja/tai diesterit, edullisesti mono-, ovat myös tässä edullisia (esim. polyglyserolimonostearaatti, jonka kauppanimi on Radiasurf 7248). Glyseroliestereitä voidaan valmistaa luonnossa esiintyvistä triglyserideistä normaaleilla uutto-, puhdistus- ja/tai interesteröintimenetelmillä tai esteröintimenetelmillä, jotka ovat tyyppiä, joka kuvattiin edellä sorbitaniestereille. Glyseriinin osittaisia estereitä voidaan myös etoksyloida sellaisten käyttökelpoisten johdannaisten muodostamiseksi, jotka sisältyvät termiin "glyseroliesterit".

Käyttökelpoisia glyseroli- ja polyglyseroliestereitä ovat monoesterit stearііni-, oleiini-, palmitiini-, lauryyli-, isostearііni-, myristiini- ja/tai beheenihappojen kanssa sekä stearііni-, oleiini-, palmitiini-, lauryyli-, isostearііni-, myristiini- ja/tai beheenihappojen diesterit. Edellytetään, että tyypillinen monoesteri voi sisältää jonkin verran di- ja triesteriä jne.

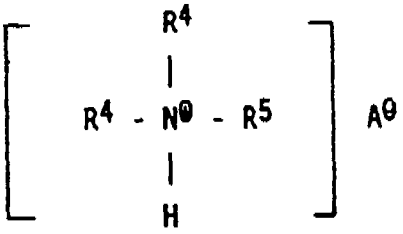
"Glyseroliesterit" käsittävät myös polyglyserolin, esim. diglyserolin - oktaglyserolin esterit. Polyglyserolipolyesterit muodostetaan kondensoimalla glyseriiniä tai epikloorihydriiniä yhdessä glyseroliryhmien yhdistämiseksi eetterisidoksin. Polyglyserolipolyolien mono- ja/tai diesterit ovat edullisia, rasvahapporyhmien ollessa tyypillisesti niitä jotka kuvattiin edellä sorbitani- ja glyseroliestereille.

Esim. glyseroli- ja polyglyserolimonoesterien suorituskyky paranee jäljempänä kuvatun katinisen diesterimateriaalin läsnä ollessa.

Vielä muita toivottavia valinnaisia "ionittomia" pehmennysaineita ovat anionisten pesevien pinta-aktiivisten aineiden ja rasva-amiinien ioniparit tai niiden kvaternaariset ammoniumjohdannaiset, esim. ne, joita on kuvattu Nayarin US-patentissa 4 756 850, myönnetty 12 heinä-

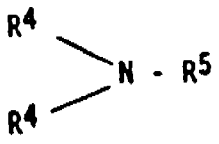
kuuta 1988, mainitun patentin sisältyessä tähän viitteenä. Nämä ioniparit toimivat kuten ionittomat materiaalit koska ne eivät ionisoidu helposti vedessä. Ne sisältävät tyypillisesti vähintään kaksi pitkää hydrofobista ryhmää (ketjua).

Näitä ioniparikomplekseja voidaan esittää seuraavalla kaavalla:



jossa kukin R^4 voi itsenäisesti olla C_{12-20}-alkyyli tai -alkenyyli, ja R^5 on H tai CH_3. A^- esittää anionista yhdistettä ja se käsittää valikoiman anionisia pinta-aktiivisia aineita, samoin kuin niiden sukuisia lyhyemmän alkyyliketjun yhdisteitä, joilla ei välttämättä ole pinta-aktiivisia ominaisuuksia. A^- on valittu ryhmästä, johon kuuluvat alkyylisulfonaatit, aryylisulfonaatit, alkyyliaryylisulfonaatit, alkyylisulfaatit, dialkyylisulfosukkinaatit, alkyylioksibentseenisulfonaatit, asyyli-isetionaatit, asyylialkyylitauraatit, etoksyloidut alkyylisulfaatit, olefiinisulfonaatit, edullisesti bentseenisulfonaatit, sekä lineaariset C_{1-5}-alkyylibentseenisulfonaatit, tai näiden seokset.

Tässä käytettyinä termit "alkyylisulfonaatti" ja "lineaarinen alkyylibentseenisulfonaatti" käsittävät alkyyliyhdisteet, joissa on sekä vakiokohdassa hiiliketjua että satunnaisessa kohdassa hiiliketjua. Lähtöaineina olevien alkyyliamiinien kaava on:



jossa kukin R^4 on C_{12-20}-alkyyli tai alkenyyli ja R^5 on H tai CH_3.

Anionisia yhdisteitä (A^-), jotka ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisissa ioniparikomplekseissa ovat alkyylisulfonaatit, aryylisulfonaatit, alkyyliaryylisulfonaatit, alkyylisulfaatit, etoksyloidut alkyylisulfaatit, dialkyylisulfosukkinaatit, etoksyloidut alkyylisulfonaatit, alkyylioksibentseenisulfonaatit, asyyli-isetionaatit, asyylialkyylitauraatit sekä paraffiinisulfonaatit.

Edullisia anioneja (A^0) jotka ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisessa ioniparikompleksissa, ovat bentseenisulfonaatit ja lineaariset C_{1-5}-alkyylibentseenisulfonaatit (LAS), erityisesti C_{1-3}-las. Edullisin on C_3 LAS. LAS:in bentseenisulfonaattiryhmä voi olla sijoittunut mihin tahansa alkyyliketjun hiiliatomeista, ja se on tavallisesti toisessa atomissa alkyyliketjuissa jotka sisältävät kolme tai useampia hiiliatomeja.

Edullisempia ovat kompleksit jotka on muodostettu yhdistelmästä ditaliamiinia (hydrattu tai hydraamaton) kompleksoituna bentseenisulfonaatilla tai lineaarisella C_{1-5}-alkyylibentseenisulfonaatilla ja distearyyliamiinia kompleksoituna bentseenisulfonaatilla tai lineaarisella C_{1-5}-alkyylibentseenisulfonaatilla. Vielä edullisempia ovat ne kompleksit jotka on muodostettu hydratusta ditaliamiinista tai distearyyliamiinista kompleksoituna lineaarisella C_{1-3}-alkyylibentseenisulfonaatilla (LAS). Edullisimpia ovat kompleksit jotka on muodostettu hydratusta ditaliamiinista tai distearyyliamiinista joka on kompleksoitu lineaarisella C_3-alkyylibentseenisulfonaatilla.

Amiinia ja anionista yhdistettä yhdistetään amiinin moolisuhteessa anioniseen yhdisteeseen alueella noin 10:1 - noin 1:2, edullisesti noin 5:1 - noin 1:2, edullisemmin noin 2:1 - noin 1:2, ja edullisimmin 1:1. Tämä voidaan suorittaa millä tahansa valikoimasta keinoja, mukaan lukien sulan valmistamisen anionisesta yhdisteestä (happo-

muodossa) ja amiinista, ja sen jälkeen työstämisen haluttuun partikkelikokoalueeseen, mutta ei tähän rajoittuen.

Kuvaus ioniparikomplekseista, valmistusmenetelmistä sekä ei-rajoittavia esimerkkejä ioniparikomplekseista ja tässä keksinnössä käytettäviksi sopivista lähtöamiineista on lueteltu Mao et al.:n US-patentissa 4 915 854, myönnetty 10. huhtikuuta 1990, sekä Caswell et al.:n US-patentissa 5 019 280, myönnetty 28. toukokuuta 1991, molemmat patentit sisällytetään tähän viitteinä.

Yleisesti tässä käyttökelpoiset ioniparit on muodostettu antamalla amiinin ja/tai kvaternaarisen ammoniumsuolan joka sisältää ainakin yhden, ja edullisesti kaksi, pitkää hydrofobista ketjua (C_{12-30}, edullisesti C_{11-20}), reagoida anionisen pesevän pinta-aktiivisen aineen joka kuuluu tyyppeihin, joita on kuvattu mainitussa US-patentissa 4 756 850, erityisesti palstalla 3, riveillä 29 - 47. Sopivia menetelmiä tällaisen reaktion suorittamiseksi on kuvattu myös US-patentissa 4 756 850, palstalla 3, riveillä 48 - 65.

Ekvivalentit ioniparit jotka on muodostettu käyttäen C_{12-30}-rasvahappoja, ovat myös toivottavia. Esimerkkien tällaisista materiaaleista tiedetään olevan hyviä tekstiilien pehmennysaineita, kuten on kuvattu Kardouchen US-patentissa 4 237 155, myönnetty 2. joulukuuta 1980, mainitun patentin sisältyessä tähän viitteenä.

Muita rasvahappojen osittaisia estereitä, jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä, ovat etyleeniglykolidistearaatti, propyleeniglykolidistearaatti, ksylitolimonopalmitaatti, pentaerytritolimonostearaatti, sakkaroosimonostearaatit sekä glyserolimonostearaatti. Kuten sorbitaniestereidenkin tapauksessa, sisältävät kaupallisesti saatavilla olevat monoesterit tavallisesti merkittäviä määriä di- tai triestereitä.

Vielä muita sopivia ionittomia tekstiileitä pehmentäviä materiaaleja ovat pitkäketjuiset rasva-alkoholit

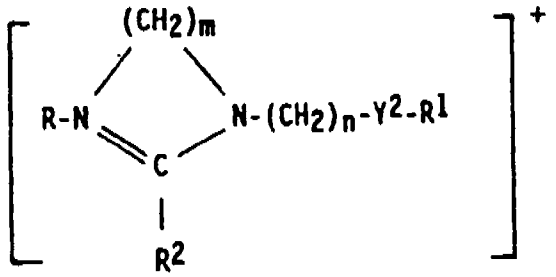
ja/tai niiden hapot ja esterit jotka sisältävät noin 16 - noin 30, edullisesti noin 18 - noin 22, hiiliatomia, tällaisten yhdisteiden esterit alempien (C_{1-4}) rasva-alkoholien tai rasvahappojen kanssa, sekä alemmat (1-4) alkoksyloituotteet (C_{1-4}) tällaisista materiaaleista.

Näitä muita rasvahappojen osittaisia estereitä, rasvahappoja ja/tai happoja ja/tai niiden estereitä sekä alkoksyloituja alkoholeja ja niitä sorbitaniestereitä, jotka eivät muodosta optimaalisia emulsioita/dispersioita, voidaan parantaa lisäämällä muuta kahden pitkän ketjun kationista materiaalia, jota on kuvattu edellä tai jäljempänä, tai muita ionittomia pehmentäviä materiaaleja parempien tulosten saavuttamiseksi.

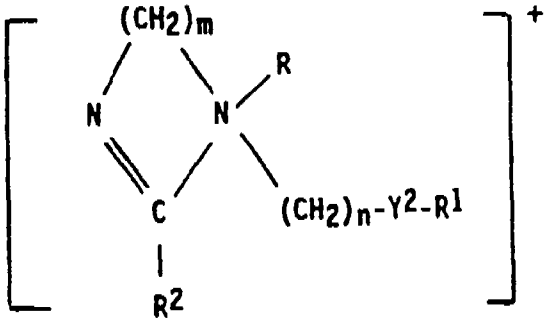
Edellä kuvattuja ionittomia yhdisteitä on oikein kutsua "pehmentäviksi aineiksi" koska silloin kun näitä yhdisteitä levitetään oikein kankaaseen, antavat ne kankaalle pehmeän, liukkaan tuntuman. Ne vaativat kuitenkin kationista materiaalia mikäli halutaan tehokkaasti levittää tällaisia yhdisteitä laimeasta vesipohjaisesta huuhteluliuoksesta kankaisiin. Edellä kuvattujen yhdisteiden hyvä saostuminen saavutetaan niiden yhdistelmällä edellä tai jäljempänä kuvatun kationisen pehmennysaineen kanssa. Rasvahapon osittaiset esterimateriaalit ovat edullisia biohajoavuudeltaan ja kyvyltään säätää ionittoman materiaalin HLB-arvoa useilla tavoilla, esim. vaihtelemalla rasvahapon ketjunpituuksien jakautumaa, tyydyttymisastetta jne. seosten tuottamisen lisäksi.

(C)(4) Valinnaiset imidatsoliinipehmennysaineet

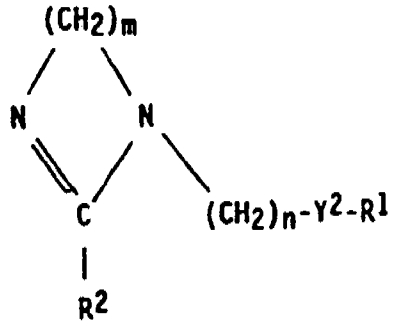
Valinnaisesti tämän keksinnön mukainen kiinteä koostumus sisältää noin 1 - noin 30 %, edullisesti noin 5 - noin 20 %, ja nestemäinen koostumus sisältää noin 1 - noin 20 %, edullisesti noin 1 - noin 15 % disubstituoitua imidatsoliini-pehmennysainetta jonka kaava on:



X⁻ (I)



X⁻ (II)



(III)

tai niiden seosta, joissa Y^2 on kuten edellä määriteltiin; R^1 ja R^2 ovat kukin erikseen C_{11-21}-hiilivetyryhmiä, edullisesti C_{13-17}-alkyyliryhmiä, edullisimmin suoraketjuisia talialkyyliryhmiä; R on C_{1-4}-hiilivetyryhmä, edullisesti C_{1-3}-alkyyli-, -alkenyyli- tai hydroksialkyyliryhmä, esim. metyyli (edullisin), etyyli, propyyli, propenyyli, hydroksietyyli, 2,3-dihydroksipropyyli ja vastaavat; ja m ja n ovat kumpikin erikseen välillä noin 2 - noin 4, edullisesti noin 2. Vastaioni X^- voi olla mikä tahansa pehmennysaineen kanssa yhteensopiva anioni, esimerkiksi kloridi, bro-

midi, metyylisulfaatti, etyylisulfaatti, formaatti, sulfaatti, nitraatti tai vastaava.

Edellä kuvatut yhdisteet voidaan valinnaisesti lisätä tämän keksinnön mukaisiin koostumuksiin DEQA-esiseoksen fluidisointiaineina tai lisätä myöhemmin koostumuksen työstössä niiden pehmentävien, pyydystävien ja/tai antistaattisten vaikutusten vuoksi. Silloin kun näitä yhdisteitä lisätään DEQA-esiseokseen esiseoksen fluidisointiaineina, on yhdisteen suhde DEQA:an noin 2:3 - noin 1:100, edullisesti noin 1:2 - noin 1:50.

Yhdisteet (I) ja (II) voidaan valmistaa kvaternoimalla substituoitua imidatsoliiniesteriyhdistettä. Kvaternointi voidaan saada aikaan millä tahansa tunnetulla kvaternointimenetelmällä. Edullinen kvaternointimenetelmä on kuvattu Rosario-Jansen et al.:n US-patentissa 4 954 635, myönnetty 4. syyskuuta 1990, jonka kuvaus sisällytetään tähän viitteenä.

Tämän keksinnön mukaisten koostumusten sisältävien disubstituoitujen imidatsoliiniyhdisteiden uskotaan olevan biohajoavia ja alttiita hydrolyysille johtuen alkyylisubstituentin esteriryhmässä. Lisäksi tämän keksinnön mukaisten yhdisteiden sisältävät imidatsoliiniyhdisteet ovat alttiita renkaan aukeamiselle tietyissä olosuhteissa. Tästä syystä on huolehdittava siitä, että näitä yhdisteitä käsitellään olosuhteissa, joissa vältytään näiltä seurauksilta. Esimerkiksi stabiileja tämän keksinnön mukaisia koostumuksia formuloidaan pH:ssa, joka on alueella noin 1,5 - noin 5,0, edullisimmin pH:ssa, joka on alueella noin 1,8 - noin 3,5. pH:ta voidaan säätää lisäämällä Bronstedin happoa. Esimerkkejä sopivista Bronsted-hapoista ovat epäorgaaniset mineraalihapot, karboksyylihapot, erityisesti matalan moolimassan (C_{1-5}) karboksyylihapot, sekä alkyylisulfonihapot. Sopivia orgaanisia happoja ovat muurahais-, etikka-, bentsoe-, metyylisulfoni- ja etyylisulfonihappo. Edullisia happoja ovat vetykloridi- ja fosforihapot. Li-

säksi koostumukset jotka sisältävät näitä yhdisteitä, tulisi pitää olennaiselta osin puhtaina protonoitumattomista, asyklisistä amiineista.

Useissa tapauksissa on edullista käyttää 3-komponenttista koostumusta, joka sisältää: (B) viskositeetin/-dispergoituvuuden modifiointiainetta, esim. yhden pitkän alkyyliketjun kationista pinta-aktiivista ainetta kuten rasvahapon koliiniesteriä, setyyli- tai talialkyylitrimetyyliammoniumbromidia tai -kloridia, jne., ionitonta pinta-aktiivista ainetta tai näiden seoksia; (A) kationista kvaternaarista diesteriammonium-pehmennysainetta kuten di(tallovoyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridia; ja (C)(4) kahden pitkän alkyyliketjun imidatsoliiniesteriyhdistettä osan DEQA:sta sijasta. Lisätty kahden pitkän ketjun imidatsoliiniesteriyhdiste, samalla kun se tuottaa lisää pehmeyttä ja erityisesti antistaattisia ominaisuuksia, toimii myös ylimääräisen positiivisen varauksen varastona siten, että mahdollinen anioninen pinta-aktiivinen aine, joka kulkeutuu huuhteluliuokseen tavanomaisesta pesuprosessista, neutraloituu tehokkaasti.

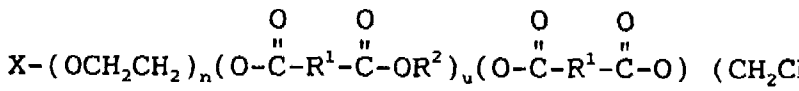
(C)(5) Valinnainen, mutta erityisen edullinen, lianirroitusaine

Valinnaisesti nämä koostumukset sisältävät 0 - noin 10 %, edullisesti noin 0,1 - noin 5 %, edullisemmin noin 0,1 - noin 2 % lianirroitusainetta. Tällainen lianirroitusaine on edullisesti polymeeri. Polymeerisiä lianirroitusaineita jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä ovat kopolymeeriset lohkot tereftalaatista ja polyetyleenioksidista tai polypropyleenioksidista sekä vastaavat. Nämä aineet antavat lisää stabiilisuutta konsentroiduille vesipohjaisille nestemäisille koostumuksille. Tämän vuoksi niiden läsnäolo tällaisissa nestemäisissä koostumuksissa, jopa pieninä määrinä, jotka eivät tuota lianirroitusetuja, on edullista.

Edullinen lianirroitusaine on kopolymeeri, jossa on tereftalaatin ja polyetyleenioksidin lohkoja. Erityisemmin nämä polymeerit koostuvat toistuvista yksiköistä etyleeni- ja/tai propyleenitereftalaattia ja polyetyleenioksiditereftalaattia etyleenitereftalaattiyksiköiden moolisuhteen polyetyleenioksiditereftalaattiyksiköihin ollessa noin 25:75 - noin 35:65, mainitun polyetyleenioksiditereftalaatin sisältäessä polyetyleenioksidilohkoja, joiden moolimassat ovat välillä noin 300 - noin 2 000. Tämän polymeerisen lianirroitusaineen moolimassa on alueella noin 5 000 - noin 55 000.

Toinen edullinen polymeerinen lianirroitusaine on kiteytyvä polyesteri, jossa on toistuvia yksiköitä etyleenitereftalaattia, jotka sisältävät noin 10 - noin 15 paino-% etyleenitereftalaattiyksiköitä yhdessä noin 10 - noin 50 paino-%:n polyoksietyleenitereftalaattia kanssa, johdettuna polyoksietyleeniglykolista, jonka keskimääräinen moolimassa on noin 300 - noin 6 000, ja etyleenitereftalaattiyksiköiden moolisuhde polyoksietyleenitereftalaattiyksiköihin kiteytyvässä polymeerisessä yhdisteessä on välillä 2:1 - 6:1. Esimerkkejä tästä polymeeristä ovat kaupallisesti saatavilla olevat materiaalit Zelcon® 4780 (DuPontilta) ja Milease® (ICI:ltä).

Erityisen edullisia lianirroitusaineita ovat polymeerit joilla on yleinen kaava:



jossa X voi olla mikä tahansa sopiva pääteryhmä, kunkin X:n ollessa valittu ryhmästä, johon kuuluvat H sekä alkyyli- ja asyyliryhmät, jotka sisältävät noin 1 - noin 4 hiiliatomia, edullisesti metyyli. n on valittu vesiliukoisuutta silmällä pitäen, ja se on yleisesti välillä noin 6 - noin 113, edullisesti noin 20 - noin 50. u on kriittinen tekijä nestemäisessä koostumuksessa, jolla on suhteel-

lisen suuri ionivahvuus. Siinä tulisi olla erittäin vähän materiaalia, jossa u on suurempi kuin 10. Lisäksi siinä tulisi olla vähintään 20 %, edullisesti vähintään 40 % materiaalia, jossa u on alueella noin 3 - noin 5.

Ryhmät R^1 ovat olennaiselta osin 1,4-fenyleeniryhmiä. Tässä käytettynä sanonta "Ryhmät R^1 ovat olennaiselta osin 1,4-fenyleeniryhmiä" viittaa yhdisteisiin, joissa ryhmät R^1 koostuvat kokonaan 1,4-fenyleeniryhmistä, tai ne ovat osittain korvattuja muilla aryleeni- tai alkaryleeniryhmillä, alkyleeniryhmillä, alkenyleeniryhmillä tai näiden seoksilla. Aryleeni- ja alkaryleeniryhmiä, jotka voivat olla osittain substituoituja 1,4-fenyleeniin, ovat 1,3-fenyleeni, 1,2-fenyleeni, 1,8-naftyleeni, 1,4-naftyleeni, 2,2-difenyleeni, 4,4-difenyleeni sekä näiden seokset. Alkyleeni- ja alkenyleeniryhmiä, jotka voivat olla osittain substituoituja, ovat etyleeni, 1,2-propyleeni, 1,4-butyleeni, 1,5-pentyleeni, 1,6-heksametyleeni, 1,7-heptametyleeni, 1,8-oktametyleeni, 1,4-sykloheksyleeni sekä näiden seokset.

Ryhmissä R^1 tulisi osittaisen substituution muilla ryhmillä kuin 1,4-fenyleenillä asteen tulla sellainen, että yhdisteen lianirroitusominaisuudet eivät häiriinny suuressa määrin. Yleisesti se osittaisen substituution määrä, joka voidaan sallia, riippuu yhdisteen rungon pituudesta, eli pitemmissä rungoissa voi olla enemmän 1,4-fenyleeniryhmien osittaista substituutiota. Tavallisesti yhdisteillä joissa R^1 sisältävät noin 50 - noin 100 % 1,4-fenyleeniryhmiä (0 - noin 50 % muita ryhmiä kuin 1,4-fenyleeniryhmiä), on riittävä lianirroitusaktiivisuus. Esimerkiksi polyesterit, jotka on tehty tämän keksinnön mukaisesti isoftaalihapon (1,3-fenyleeni) ja tereftaalihapon (1,4-fenyleeni) 40:60-moolisuhteella, on riittävä lianirroitusaktiivisuus. Koska useimmat kuitujen valmistuksessa käytetyt polyesterit kuitenkin sisältävät etyleenitereftalaattiyksiköitä, on tavallisesti toivottavaa mi-

nimoida osittaisen substituution muilla ryhmillä kuin 1,4-fenyleenillä osuus parhaan lianirroitusaktiivisuuden saamiseksi. Edullisesti ryhmät R^1 koostuvat täysin (eli niitä on 100 %) 1,4-fenyleeniryhmistä, eli kaikki ryhmät R^1 ovat 1,4-fenyleenejä.

Ryhmissä R^2 ovat sopivia etyleeni- tai substituoituja etyleeniryhmiä etyleeni, 1,2-propyleeni, 1,2-butyleeni, 1,2-heksyleeni, 3-metoksi-1,2-propyleeni sekä näiden seokset. Edullisesti ryhmät R^2 ovat olennaiselta osin etyleeniryhmiä, 1,2-propyleeniryhmiä tai näiden seoksia. Suuremman osuuden etyleeniryhmiä lisääminen on taipuvainen parantamaan yhdisteiden lianirroitusaktiivisuutta. Yllättäen suuremman osuuden 1,2-propyleeniryhmiä lisääminen on taipuvainen parantamaan yhdisteiden vesiliukoisuutta.

Tämän vuoksi 1,2-propyleeniryhmien tai vastaavan haaroittuneen ekvivalentin käyttäminen on toivottavaa sisällytettäväksi mihin tahansa lianirroituskomponentin merkittävään osaan nestemäisissä tekstiilien pehmennyskoostumuksissa. Edullisesti noin 75 - noin 100 %, edullisemmin noin 90 - noin 100 %, ryhmistä R^2 on 1,2-propyleeniryhmiä.

Kunkin n:n arvo on vähintään noin 6, ja edullisesti se on vähintään noin 10. Kunkin n:n arvo on tavallisesti noin 12 - noin 113. Tyypillisesti kunkin n:n arvo on alueella noin 12 - noin 43.

Täydellisempi kuvaus näistä erittäin edullisista lianirroitusaineista sisältyy Gosselinkin EP-patenttihakemukseen 185 427, julkaistu 25. kesäkuuta 1986, sisällytetty tähän viitteeksi.

(C)(6) Valinnaiset bakterisidit

Esimerkkejä tämän keksinnön mukaisissa koostumuksissa käytetyistä bakterisideistä ovat glutaraldehydi, formaldehydi, 2-bromi-2-nitropropaani-1,3-dioli jota Inolex Chemicals myy kauppanimellä Bronopol®, sekä 5-kloori-2-metyyli-4-isotiatsolin-3-onin ja 2-metyyli-4-isotiatsolin-3-onin seos jota Rohm and Haas Company myy kauppani-

mellä Kathon^{R} CG/ICP. Tyypillisiä näissä koostumuksissa käytettyjä bakterisidien määriä ovat noin 1 - noin 1 000 ppm koostumuksen painosta.

Esimerkkejä antioksidanteista joita voidaan lisätä tämän keksinnön mukaisiin koostumuksiin ovat propyyligallaatti, jota on saatavilla Eastman Chemical Products Inc.:lta kauppanimillä Tenox^{R} PG ja Tenox S-1, sekä butyloitu hydroksitolueeni, jota on saatavilla UOP Process Divisionilta kauppanimellä Sustane^{R} BHT.

(7) Muut valinnaiset ainesosat

Epäorgaanisia viskositeetin säätöaineita, kuten vesiliukoisia ionisoituvia suoloja, voidaan myös valinnaisesti sisällyttää tämän keksinnön mukaisiin koostumuksiin. Laajaa valikoimaa ionisoituvia suoloja voidaan käyttää. Esimerkkejä sopivista suoloista ovat alkuaineiden jaksollisen järjestelmän ryhmien IA ja IIA metallien halogenidit, esim. kalsiumkloridi, magnesiumkloridi, natriumkloridi, kaliumbromidi sekä litiumkloridi. Nämä ionisoituvat suolat ovat erityisen käyttökelpoisia ainesten sekoitusprosessin aikana näiden koostumusten valmistamiseksi, sekä myöhemmin halutun viskositeetin saavuttamiseksi. Käytettävä ionisoituvien suolojen määrä riippuu koostumuksissa käytettyjen aktiivisten ainesten määrästä ja sitä voidaan säätää valmistajan toiveiden mukaan. Tyypillisiä koostumusten viskositeetin säätämiseksi käytettävien suolojen määriä ovat noin 20 - noin 10 000 miljoonasosaa (ppm), edullisesti noin 20 - noin 4 000 ppm, koostumusten painosta.

Alkyleenipolyammoniumsuoloja voidaan sisällyttää koostumukseen antamaan viskositeetin hallintaa edellä mainittujen vesiliukoisten ionisoituvien suolojen lisäksi tai niiden sijasta. Lisäksi nämä aineet voivat toimia kaappaajina, muodostaen ionipareja pyykin mukana kulkeutuvan anionisen pesuaineen kanssa, huuhtelussa ja kankailla, ja ne voivat parantaa pehmennyskykyä. Nämä aineet voivat stabi-

loida viskositeettia laajemmalla lämpötila-alueella, erityisesti matalissa lämpötiloissa, verrattuna epäorgaanisiin elektrolyytteihin.

Erityisiä esimerkkejä alkyleenipolyammoniumsuoloista ovat 1-lysiinimonohydrokloridi ja 1,5-diammonium-2-metyylipentaanidihydrokloridi.

Tämä keksintö voi sisältää muita valinnaisia komponentteja, joita tavanomaisesti käytetään tekstiilien käsittelykoostumuksissa, esimerkiksi väriaineita, hajusteita, säilöntäaineita, optisia kirkasteita, opasiteetin antajia, tekstiilien hoitoaineita, pinta-aktiivisia aineita, stabilointiaineita kuten guarkumia ja polyetyleeniglykolia, kutistumisen estoaineita, rypistymisen estoaineita, tekstiilejä tuuhentavia aineita, tahranpoistoaineita, germisidejä, fungisidejä, antioksidantteja kuten butyloitua hydroksitolueenia, korroosionestoaineita ja vastaavia.

Tämän keksinnön menetelmänäkökohdassa tekstiilejä tai kuituja kontaktoidaan tehokkaalla määrällä, yleisesti noin 10 ml - noin 150 ml:lla (3,5 kg:a käsiteltävää kuitua tai tekstiiliä kohti) näitä aktiivisia pehmennysaineita (mukaan lukien DEQA:n) vesihuuhteessa. Käytettävä määrä perustuu luonnollisesti käyttäjän päätäntään, riippuen koostumuksen pitoisuudesta, kuidun tai tekstiilin tyypistä, halutusta pehmeysasteesta ja vastaavista. Huuhteluhaude sisältää edullisesti noin 10 - noin 1 000 ppm, edullisesti noin 50 - noin 500 ppm, näitä DEQA-tekstiilien pehmennysyhdisteitä.

I. Kiinteät tekstiilien pehmennyskoostumukset

Kuten edellä esitettiin, sisältävät tämän keksinnön mukaiset kiinteät tekstiilien pehmennysaineet noin 50 - noin 95 %, edullisesti noin 60 - noin 90 % (A) kvaternaarista diesteriammoniumyhdistettä. (B)(1) yhden pitkän alkyyliketjun kationisten pinta-aktiivisten aineiden määrät viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina ovat 0 - noin 15 %, edullisesti noin 3 - noin 15 %, edullisem-

min noin 5 - noin 15 % koostumusten painosta. (B)(2) ionittomien pinta-aktiivisten aineiden määrät ovat noin 5 - noin 20 %, edullisesti noin 8 - noin 15 % koostumuksen painosta. Seokset (B)(3) näistä aineista määrinä noin 3 - noin 30 %, edullisesti noin 5 - noin 20 % koostumuksen painosta, voivat myös toimia tehokkaasti viskositeetin/-dispergoituvuuden modifiointiaineina.

Optimaalinen etoksyloinnin ja hiilivetyketjun pituus ionittomassa pinta-aktiivisessa aineessa binääriselle järjestelmälle (DEQA ja ioniton pinta-aktiivinen aine (B)(2)) on $C_{10-14}E_{10-18}$.

Kiinteissä koostumuksissa matalan moolimassan alkoholin määrä on pienempi kuin noin 4 %, edullisesti pienempi kuin noin 3 %. Sellaiset määrät elektrolyyttiä, jotka tuottavat samat määrät kuin edellä kuvatuissa konsentroiduissa nestemäisissä koostumuksissa, ovat mieluusti mukana missä tahansa kiinteässä koostumuksessa, jota käytetään konsentroitujen nestemäisten koostumusten muodostamiseen.

Rakeet voidaan muodostaa valmistamalla sula, kiinteyttämällä se jäähdyttämällä ja sitten jauhamalla ja seulomalla haluttuun kokoon. On erittäin edullista, että rakeiden primaaripartikkeleiden halkaisija on noin 50 - noin 1 000, edullisesti noin 50 - noin 400, edullisemmin noin 50 - noin 200 mikronia. Rakeet voivat koostua pienemmistä ja suuremmista partikkeleista, mutta edullisesti noin 85 - noin 95 %, edullisemmin noin 95 - noin 100 % niistä on ilmoitetulla alueella. Pienemmät ja suuremmat partikkelit eivät tuota optimaalisia emulsioita/dispersioita veteen lisättyinä. Muita menetelmiä primaaripartikkeleiden valmistamiseksi voidaan käyttää, mukaan lukien sulan sumutusjäähdytyksen. Primaaripartikkelit voidaan agglomeroida pölyämättömän tarttumattoman vapaasti virtaavan jauheen muodostamiseksi. Agglomerointi voi tapahtua tavanomaisessa agglomerointiyksikössä (eli Zig-Zag Blender, Lödige), vesiliukoisen sideaineen avulla. Esimerkkejä edellä maini-

tussa agglomerointiprosessissa käyttökelpoisista vesiliukoisista sideaineista ovat glyseroli, polyetyleeniglykolit, polymeerit kuten PVA, polyakrylaatit sekä luonnon polymeerit kuten sokerit.

Rakeiden virtaavuutta voidaan parantaa käsittelemällä rakeiden pinta virtausta parantavilla aineilla, kuten savella, piidioksidilla tai zeoliittipartikkeleilla, vesiliukoisilla suoloilla, tärkkelyksellä jne.

Kolmikomponenttisessa seoksessa, esim. ionittoman pinta-aktiivisen aineen, yhden pitkän ketjun kationisen, ja DEQA:n, on edullista, että rakeita muodostettaessa ioniton pinta-aktiivinen aine ja liukoisempi yhden pitkän alkyyliketjun kationinen yhdiste esisekoitetaan ennen sekoitusta kvaternaarisen kationisen diesteriammoniumyhdisteen sulaan.

II. Konsentroidut nestemäiset tekstiilien pehmennyskoostumukset

Myös tämän keksinnön mukaiset konsentroidut nestemäiset tekstiilien pehmennyskoostumukset, kuten edellä kuvattiin, sisältävät noin 15 - noin 50 %, edullisesti noin 15 - noin 35 %, edullisemmin noin 15 - noin 30 % koostumuksen painosta, (A) kvaternaarista diesteriammoniumammonium-tekstiilien pehmennysainetta. (B)(2) ionittomien pinta-aktiivisten aineiden määrät viskositeetin/-dispergoituvuuden modifiointiaineena ovat 0 - noin 5 %, edullisesti noin 0,1 - noin 5 %, edullisemmin noin 0,2 - noin 3 % koostumuksen painosta. (B)(1) yhden pitkän ketjun kationisten pinta-aktiivisten aineiden määrät ovat 0 - noin 15 %, edullisesti noin 0,5 - noin 10 % koostumuksen painosta. Seokset (B)(3) näistä aineista määrinä noin 0,1 - noin 30 %, edullisesti noin 0,2 - noin 20 % voivat myös toimia tehokkaasti viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina. Optimaalinen etoksyloinnin ja hiilivetyketjun pituus ionittomassa pinta-aktiivisessa aineessa (B)(2) binaariselle järjestelmälle (DEQA ja ioniton) on

$C_{16-18}E_{10-11}$, ja ternaariselle järjestelmälle (DEQA, ioniton ja valinnainen ioniton pehmennysaine, esim. polyglyserolimonostearaatti) on $C_{16-18}E_{25}$.

Kiinteistä koostumuksista valmistetut nestemäiset tekstiilien pehmennyskoostumukset

Tämän keksinnön mukainen kiinteä koostumus I voidaan sekoittaa veteen laimeiden tai sellaisten konsentroitujen nestemäisten pehmennyskoostumusten, II, muodostamiseksi, joiden kvaternaarisen diesteriammonium-tekstiilienpehmennysyhdisteen pitoisuus on noin 5 - noin 50 %, edullisesti noin 5 - noin 35 %, edullisemmin noin 5 - noin 30 %. Veden lämpötilan valmistuksessa tulisi olla välillä noin 20 - noin 90 °C, edullisesti noin 25 - noin 80 °C. Yhden pitkän alkyyliketjun kationiset pinta-aktiiviset aineet viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineina määränä 0 - noin 15 %, edullisesti noin 3 - noin 15 %, edullisemmin noin 5 - noin 15 % koostumuksen painosta, ovat edullisia kiinteää koostumusta varten. Ionittomat pinta-aktiiviset aineet määränä 5 - noin 20 %, edullisesti noin 8 - noin 15 %, samoin kuin seokset näistä aineista voivat myös toimia tehokkaasti viskositeetin/dispergoituvuuden modifiointiaineena.

Emulgoiduilla/dispergoiduilla partikkeleilla, jotka muodostuvat lisättäessä mainittuja rakeita veteen vesipohjaisten konsentraattien muodostamiseksi, on tyypillisesti keskimääräinen partikkelikoko alle noin 10 mikronia, edullisesti alle noin 2 mikronia, ja edullisemmin noin 0,2 - noin 2 mikronia, jotta saavutetaan tehokas laskeutuminen tekstiileille. Termi "keskimääräinen partikkelikoko" tarkoittaa tämän patenttihakemuksen yhteydessä lukukeskimääräistä partikkelikokoa, eli yli 50 %:lla partikkeleista on halkaisija, joka on pienempi kuin määritelty koko.

Emulgoitujen/dispergoitujen partikkeleiden partikkelikoko määritetään käyttäen esim. Malvern-partikkelikokoanalysaattoria.

Riippuen ionittoman ja kationisen pinta-aktiivisen aineen valinnasta saattaa tietyissä tapauksissa olla toivottavaa, silloin kun kiintoaineita nesteen valmistamiseen, käyttää tehokasta keinoa partikkeleiden dispergoimiseksi ja emulgoimiseksi (esim. sekoitinta).

Kiinteät partikkelimaiset koostumukset joita käytetään nestemäisten koostumusten valmistamiseksi voivat valinnaisesti sisältää elektrolyyttejä, hajusteita, vaahdonestoaineita, virtausapuaineita (esim. piidioksidia), väriaineita, säilöntäaineita ja/tai muita edellä kuvattuja valinnaisia ainesosia.

Edut, joita saadaan lisättäessä vettä jauhemaiseen kiinteään koostumukseen vesipohjaisten koostumusten muodostamiseksi ovat mahdollisuus kuljettaa vähemmän painoa siten tehden kuljetukset taloudellisemmiksi, sekä kyky muodostaa nestemäisiä koostumuksia pienemmällä energiankulutuksella (eli pienemmällä leikkausvoimalla ja/tai matalammassa lämpötilassa).

Tässä patenttihakemuksessa ja näissä esimerkeissä kaikki osuudet, suhteet ja osat ovat painon mukaan ellei toisin ole mainittu, ja kaikki numeeriset arvot ovat normaaleja likiarvoja.

Seuraavat esimerkit kuvaavat, mutta eivät rajoita tätä keksintöä.

Esimerkki I

Liuottimen ja koliiniesterin vaikutus DEQA-dispersion viskositeettiin

DEQA[1] (paino-%)	Kookoskoliinin esterikloridi (paino-%)	Liuotin	Alkuviskositeetti (cps)
15	-	isopropanoli	geeli
20	2	isopropanoli	784
20	2	etanoli	150
20	2	metanoli	35
20	2	ei	22

25	2,5	ei	55
30	3	ei	200
20	-	ei	450

(1) Di(tallovoyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

Dispersiot sisältävät 0,012 % $CaCl_2$:a, 5 % liuotinta, ja loppu on vettä, ellei toisin ole mainittu. Nämä koostumukset osoittavat viskositeettihyödyn käytettäessä yhden pitkän ketjun kationista pinta-aktiivista ainetta alhaisilla liuotinmäärillä tai ilman sitä.

Seuraavilla koostumuksilla on erinomainen viskositeettistabiilisuus laajalla varastointilämpötilojen alueella.

Esimerkki II

Viskositeetti/lämpötila-vaikutukset

	1	2
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	24,5	17
Etoksyloitu rasva-alkoholi(2)	1,5	1,5
HCl	0,07	0,035
PGMS(3)	-	4
Lianirroituspolymeeri(4)	0,5	0,5
$CaCl_2$	3000 ppm	3000 ppm
Hajuste	0,9	0,9
Väriaine (2 % liuos)	80 ppm	80 ppm
Vettä	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi ja 10 % etanolia 1:ssä, 15 % 4:ssä ja 15 % isopropanolia 2:ssa ja 3:ssa.

(2) C_{16-18}-rasva-alkoholin polyetoksylaatti (11) (HLB 13) 1:ssä ja 3:ssa; C_{16-18}-rasva-alkoholin polyetoksylaatteja (25) 2:ssa ja 4:ssä.

(3) Polyglyserolin monostearaatti jonka kauppanimi on Radiasurf 248.

(4) Etyleenioksidin ja tereftalaatin kopolymeeri, jonka yleinen lianirroituskaava on (C)(5), jossa kukin X on me-

tyyli, kukin n on 40, u on 4, kaikki R^1:t ovat olennaiselta osin 1,4-fenyleeniryhmiä, kaikki R^2:t ovat olennaiselta osin etyleeni-, 1,2-propyleeniryhmiä tai niiden seoksia.

Esimerkki II (jatkuu)

Viskositeetti/lämpötila-vaikutukset

	3	4
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	17	24,5
Etoksyloitu rasva-alkoholi(2)	2,0	1,5
HCl (13 - 25 % liuos)	0,035	0,04
PGMS(3)	4	2
Lianirroituspolymeeri(4)	0,5	0,33
$CaCl_2$	3000 ppm	-
Hajuste	0,9	0,9
Väriaine (2 % liuos)	80 ppm	80 ppm
L-lysiinimonohydrokloridi	-	0,5
Vettä	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi ja 10 % etanolia 1:ssä, 15 % 4:ssä ja 15 % isopropanolia 2:ssa ja 3:ssa.

(2) C_{16-18}-rasva-alkoholi, jossa on 11 etoksylaattia ja HLB 13 1:ssä ja 3:ssa; C_{16-18}-rasva-alkoholi, jossa on 25 etoksylaattia 2:ssa ja 4:ssä.

(3) Polyglyserolin monostearaatti, jonka kauppanimi on Radiasurf 7248.

(4) Etyleenioksidin ja tereftalaatin kopolymeeri, jonka yleinen lianirroituskaava on (C)(5), jossa kukin X on metyyli, kukin n on 40, u on 4, kaikki R^1:t ovat olennaiselta osin 1,4-fenyleeniryhmiä, kaikki R^2:t ovat olennaiselta osin etyleeni-, 1,2-propyleeniryhmiä tai niiden seoksia.

Esimerkki II (jatkuu)

Viskositeetti/lämpötila-vaikutukset

	5	6	7
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA[1]	17	24,5	24,5
Etoksyloitu rasva-alkoholi[2]	1,5	-	1,5
Tali-CE[3]	-	2,50	-
PGMS[4]	2,0	-	2,0
HCl (13 - 25 % liuos)	0,04	0,04	0,04
Lianirroituspolymeeri[5]	0,33	0,50	0,33
$CaCl_2$	0,40	0,30	-
DAS[6]	-	-	0,50
Hajuste	0,90	0,90	0,90
Väriaine (2 % liuos)	80 ppm	80 ppm	80 ppm
Vettä	loput	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi ja 15 % etanolia 5:ssä ja 7:ssä ja 10 % 6:ssa.

(2) C_{16-18}-rasva-alkoholi, jossa on 11 etoksylaattia 7:ssa; C_{16-18}-rasva-alkoholi, jossa on 25 etoksylaattia 5:ssä.

(3) Talikoliiniesteri, jossa on 15 % isopropanolia 6:ssa.

(4) Polyglyserolimonostearaatti, jonka kauppanimi on Radiasurf 7248.

(6) Diammoniumsuola: 1,5-diamino-2-metyylipentaanidihydrokloridi.

Menetelmä 1 - 3:n valmistamiseksi

1 500 g:n erän valmistamiseksi etoksyloitu rasva-alkoholi lisättiin noin 50 °C:sena kvaternaariseen diesteriammoniumyhdisteeseen joka oli noin 90 - 95 °C:sena, ja sekoitettiin muutaman minuutin ajan. Tämä esiseos ruiskutettiin noin 10 minuutin aikana noin 70 - 72 °C:seen vesipohjaan joka sisälsi HCl:n. Erä pidettiin vakiolämpötilassa ruiskutuslisäyksen aikana. Sekoitusta lisättiin 600 rpm:stä esiseoksen ruiskutuksen alussa maksimiin (1 800 rpm) noin 6 minuutin kuluttua. Väriaine lisättiin kun 1/3 esiseoksesta oli ruiskutettu. Tuote muuttui kiinteäksi

noin 7 minuutin kuluttua. Kun kaikki esiseos oli ruiskutettu, tuotetta käsiteltiin ruiskuttamalla hitaasti $CaCl_2$ noin 10 minuutin aikana. Sekoitusnopeus vähennettiin 1 000 rpm:ään vaahdon muodostumisen välttämiseksi. Viskositeetti oli käsittelyn jälkeen noin 50 cps. Hajuste ja lianirroituspolymeeri lisättiin hitaasti vakiosekoituksen alaisena. Viskositeetti kohosi noin 10 cps (75 °C). Jäähdytettiin nopeasti noin 25 °C:seen. Koostumuksissa 2 ja 3 PGMS lisättiin yhdessä DEQA:n kanssa. Lopullisen tuotteen viskositeetti oli välillä noin 40 - noin 70 cps 21 °C:ssa ja pH:ssa noin 3,5 - 3,6.

Menetelmä koostumusten 4, 5 ja 7 valmistamiseksi

1 000 g:n erän valmistamiseksihappo lisättiin vesipohjaan 70 - 72 °C:ssa. DEQA, etoksyloitu rasva-alkoholi ja PGMS esisekoitettiin 80 - 85 °C:ssa. Sitten tämä esiseos ruiskutettiin happo/vesipohjaan 6,5 minuutin aikana samalla sekoittaen 600 rpm:llä (ruiskutuksen alussa) - 1 800 rpm:llä (ruiskutuksen lopussa). Väriaine lisättiin 2,5 minuuttia esiseoksen ruiskutuksen aloittamisen jälkeen. Kun esiseoksen ruiskuttaminen loppui, pumpattiin lysiini seokseen 15 minuutin aikana. Tällöin viskositeetin tulisi olla noin 70 - 80 cps. Lisättiin 30 - 40 g vettä veden haihtumisen kompensoimiseksi. Hajuste lisättiin 1 minuutin aikana. Viskositeetti oli noin 80 - 90 cps. Lianirroituspolymeeri lisättiin 1 minuutin aikana. Viskositeetti oli noin 70 - 80 cps. Jäähdytettiin jäähdytyskierukalla 20 - 25 °C:seen 6 minuutin aikana. Viskositeetti oli noin 45 - 55 cps.

Menetelmä koostumuksen 6 valmistamiseksi

1 500 g erän valmistamiseksi 70 - 72 °C:seen vesipohjaan lisättiin HCl ja talikoliiniesterikloridi. DEQA esilämmitettiin 90 - 95 °C:seen ja ruiskutettiin vesipohjaan noin 10 minuutissa. Ruiskutuksen aikana sekoitusta lisättiin 600 rpm:stä 1 800 rpm:ään noin 6 minuutin kuluttua. Väriaine lisättiin kun 1/3 esiseoksesta oli ruisku-

tettu. Kun kaikki DEQA oli ruiskutettu, tuotetta käsiteltiin ruiskuttamalla $CaCl_2$ hitaasti noin 10 minuutin aikana. Sekoitusnopeus alennettiin 1 800 rpm:stä 600 rpm:ään vaahdon muodostumisen välttämiseksi. Käsittelyn jälkeen viskositeetti oli noin 40 - 45 cps. Hajuste ja lianirroituspolymeeri lisättiin hitaasti vakiosekoituksella. Viskositeetti kohosi noin 15 cps. Jäähdytettiin noin 6 minuutissa noin 25 °C:seen. Lopullisen tuotteen viskositeetti oli 75 - 85 cps.

1:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	**10 °C**	**21 °C**	**35 °C**
Tuore = (38)				
1 päivän jälkeen	52	41	32	31
2 päivän jälkeen	73	50	31	31
5 päivän jälkeen	155	48	29	31

2:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	**10 °C**	**21 °C**	**35 °C**
Tuore = (26)				
1 päivän jälkeen	29	-	22	22
6 päivän jälkeen	33	-	21	21
9 päivän jälkeen	37	-	22	19

3:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	**10 °C**	**21 °C**	**35 °C**
Tuore = (37)				
3 päivän jälkeen	201	-	38	27
7 päivän jälkeen	361	-	42	28

4:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	**10 °C**	**21 °C**	**35 °C**	**50 °C**
Tuore = (51)					
1 päivän jälkeen	69	45	36	40	42
7 päivän jälkeen	120	48	35	44	57

5:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	**10 °C**	**21 °C**	**35 °C**
Tuore = (56)				
1 päivän jälkeen	135	116	59	62

2 päivän jälkeen	170	116	65	70
3 päivän jälkeen	198	123	70	65
6 päivän jälkeen	940	132	72	64

6:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	21 °C	35 °C	50 °C
Tuore = (81)				
1 päivän jälkeen	225	80	73	48
8 päivän jälkeen	2500	70	60	36

7:n varastointiprofiili (cps)

	4 °C	10 °C	21 °C	35 °C
Tuore = (37)				
1 päivän jälkeen	95	55	38	40
2 päivän jälkeen	125	67	42	40
4 päivän jälkeen	185	82	40	40
7 päivän jälkeen	325	75	40	36

Esimerkki III

Erilaisia etoksyloituja alkoholeja rasva-alkoholeja substituoitiin esimerkin II mukaiseen kaavaan (nro 1) seuraavin tuloksin. Tässä käytettynä termi "C_nE_m" viittaa etoksyloituun rasva-alkoholiin, jossa rasva-alkoholi sisältää n hiiliatomia ja molekyyli sisältää keskimäärin m etoksiryhmää.

Etoksyloitu rasva-alkoholi	**Viskositeetti paino-%**	**HLB**	**(cps)**
a. $C_{13}E_3$	1,5	8	70
b. $C_{13}E_8$	1,5	13	6,000
c. $C_{16-18}E_{50}$	1,5	18	72
d. $C_{16-18}E_{11}$	1,5	13	46
e. $C_{13-15}E_{11}$	1,5	14	460
f. $C_{10}E_7$	1,5	13	geeli
g. Emulan OU	1,5	17	900

Tulokset edellä mainittujen reseptien mukaisten koostumusten yhden päivän varastoinnin jälkeen ilmoitetuissa lämpötiloissa ovat seuraavat:

4 °C	21 °C
a. geeli	a. geeli
b. geeli	b. geeli
c. 8000 cps	c. 120 cps
d. 125 cps	d. 57 cps
e. geeli	e. geeli
f. geeli	f. geeli
g. geeli	g. geeli

$C_{16-18}E_{11}$ on tehokas stabilointiaine riittävän laajalla lämpötila-alueella.

Esimerkki IV

Seuraavat määrät $C_{16-18}E_{11}$:a substituoitiin esimerkin II kaavaan (nro 1), seuraavin tuloksin:

Etoksyloitu rasva-alkoholi	**p-%**	**HLB**	**Tuore viskositeetti (cps)**
a. $C_{16-18}E_{11}$	2,5	13	90
b. $C_{16-18}E_{11}$	1,0	13	45
c. $C_{16-18}E_{11}$	1,5	13	46

Tulokset edellä mainittujen reseptien mukaisten koostumusten yhden päivän varastoinnin jälkeen ilmoitetuissa lämpötiloissa ovat seuraavat:

4 °C	21 °C
a. 500 cps	a. 140
b. 190 cps	b. 49
c. 125 cps	c. 57

Edellä esitetyt tulokset kuvaavat etoksyloidun rasva-alkoholin määrää, joka tuottaa alemmat lähtöviskositeetit ja parantuneen viskositeettistabiilisuuden.

Esimerkki V

Olennaiselta osin lineaarisen monoesterin vaikutus

Komponentti	**1 paino-%**	**2 paino-%**	**3 paino-%**
DEQA[1]	25	23,1	31,2
Metyylitallovaatti	0,38	2,2	4,1
Kookoskoliiniesteri-			

kloridi	2,5	2,5	2,5
$CaCl_2$	0,375	0,375	0,375
Vesi	loput	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

Lähtöviskositeetti (cps) (huoneenlämpötilassa)	54	110	154

Varastointitulokset noin 4,4 °C:ssa

Esim. 1 - Geelejä noin 2 päivän kuluessa.

Esim. 2 - Noin 520 cps noin 1 viikon kuluttua; noin 528 cps noin 3,5 viikon kuluttua.

Esim. 3 - Noin 1900 cps noin 1 viikon kuluttua; noin 1410 cps noin 3,5 viikon kuluttua.

Edellä olevat arvot ilmaisevat, että on olemassa olennaiselta osin lineaaristen rasvamonoestereiden alue, joka tuottaa viskositeettia alentavan vaikutuksen matalassa lämpötilassa, mutta 4 %:n tai sitä suuremmat määrät saattavat nostaa viskositeettiä verrattuna parhaaseen tasoon tällaisella rasvamonoestereillä.

Koostumusten valmistaminen

1. DEQA ja valinnaisesti metyylitallovaatti sijoitettiin kierrepäiseen boorisilikaattiseen Waring® kennoon. Kenno suljettiin ja sijoitettiin -lämpötilaltaan 90 °C:n hauteeseen.

2. Vettä lämmitettiin kiehuvaksi ja sitten se punnittiin kierrepäiseen upokkaaseen. Kookoskoliiniesterikloridiliuotettiin lämmitettyyn veteen kirkkaan liuoksen muodostamiseksi. Tämä liuos pidettiin kuumana 90 °C:n lämpöhauteessa, kunnes DEQA/metyylitallovaattiseos oli kuumaa. (Huom: Jonkin verran vettä jätettiin pois (reikä) $CaCl_2$:n myöhempää lisäystä varten.)

3. Kuuma koliiniesteriliuos kaadettiin kuumaan DEQA-seokseen suurleikkausnopeussekoittimella (Waring-sekoitin). Heti kun kaikki vesipohja oli siirretty, Waring-sekoittimen nopeus lisättiin täyteen nopeuteen. Tuloksena

olevaa geeliä sekoitettiin silloin tällöin spaattelilla hyvän sekoituksen varmistamiseksi. Kuumaan seokseen lisättiin noin puoli grammaa noin 25-%:ista $CaCl_2$-varastoliuosta sekoittumisen auttamiseksi. Kun sekoittuminen oli täydellistä, Waring-astia suljettiin tiiviisti ja sen sisältö jäähdytettiin huoneenlämpötilaan juoksevalla (20 °C) hanavedellä.

4. Tuloksena olevaa nestemäistä tuotetta sekoitettiin voimakkaan leikkauksen alaisena (Tekmar^R T-25), jotta varmistuttiin siitä, että kaikki palaset dispergoituvat. Sitten tuloksena oleva neste jäähdytettiin uudelleen huoneenlämpötilaan ja kaadettiin lasiseen kierrepäiseen astiaan. Jäljelle jäänyt aukko täytettiin sitten noin 25-%:isella $CaCl_2$-liuoksella, jolloin $CaCl_2$:n kokonaismääräksi tuli noin 0,375 %. Veden hävikki otettiin nyt huomioon tässä vaiheessa (painon hävikin oletettiin olevan veden hävikkiä, ja tuote saatettiin 100 osaan). Viskositeetit mitattiin Brookfield^R Model DVII -viskometrillä käyttäen karaa nro 2 nopeudella 60 rpm.

Esimerkki VI

DEQA "monoesterin" pitoisuuden vaikutus

	1	2	3	4
Komponentti	**p-%**	**p-%**	**p-%**	**p-%**
DEQA(1)	25	25	25	25
diesteriä	24,6	24,2	22,3	20,8
monoesteriä	0,4	0,75	1,9	3,0
Metyylitallovaattia lopullisessa tuotteessa	2,1	2,2	2,0	2,0
Kookoskoliini-esterikloridi	2,5	2,5	2,5	2,5
Etanoli	3,0	2,8	2,5	3,0
$CaCl_2$	0,2	0,3	0,3	0,5
Vesi	loput	loput	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

Viskositeetin nousu (cps) 1 viikon kuluttua ympäristön lämpötilassa.	2	12	80	275

Edellä mainitut tulokset ilmaisevat DEQA-monoesterin pitoisuuden minimoimisen koliiniesteripitoisissa koostumuksissa toivottavuutta.

Koostumusten valmistaminen

1. Punnittiin 8 %:n ylimäärä DEQA:a ja metyylitallovaattia yli lasketun tarpeen. Materiaalit yhdistettiin dekantterilasissa tai astiassa ja kiintoaineet sekoitettiin hyvin. Peitetty sisältö sulatettiin uunissa, joka oli asetettu noin 80 - 85 °C:seen. Annettiin sulaa noin 2 - 4 tunnin ajan, riippuen panoskoosta. Ylimääräisten määrien tarkoitus oli korvata siirtohävikit tuotteen valmistuksen aikana.

2. Kookoskoliiniesterikloridi liuotettiin erikseen tislattuun veteen dekantterilasissa käyttäen magneettisekoittajaa. Tämän liuoksen pH säädettiin noin arvoon 2,3 noin 1 N HCl:lla. Dekantterilasi peitettiin foliolla ja lämmitettiin penkissä digitaalisella vesihauteella, joka oli asetettu noin 73 °C:seen. Lisättiin noin 5 g ylimääräistä vettä 100 g:aa tuotetta kohti haihdutushäviöiden kompensoimiseksi.

3. Rakennettiin laitteisto vetokaappiin käsittäen sekoittajan, jossa oli sopivan kokoinen turbiinilapa, vadit, jotka toimivat hauteina, jäävesihaudevadin. Keittolevy asetettiin pääseoshauteen alle, jotta saatiin aikaan lämpötila noin 71 °C, ja toinen haude lukemaan noin 82 °C.

4. Kalsiumkloridi punnittiin.

5. Uunissa oleva esiseos tarkastettiin ja mikäli tarpeen, sisältöä sekoitettiin manuaalisesti tai magneettisesti sen ollessa kuumavesihauteessa vetokaapissa. Samaan aikaan vesipohjan dekantteriastia asetettiin pääseoshauteeseen sekoittimen alapuolelle.

6. Foliopeite poistettiin vesipohjan sisältävältä dekantteriastialta, sekoitin käynnistettiin noin 250 rpm:llä. Aloitettiin välittömästi hitaasti, mutta tasaisesti esiseoksen kaataminen vesipohjaan sekoittaen, nostaen sekoitusta tarpeen mukaan. Valmistauduttiin varovasti nostamaan ja laskemaan sekoitinta sisällön homogenisoimiseksi noin 1220 rpm:llä. Yritettiin siirtää suurin osa esiseoksesta, ja dekantteriastia punnittiin siirtyneen määrän määrittämiseksi.

7. Sekoitusta jatkettiin ja lisättiin puolet elektrolyyttiliuoksen kokonaismäärästä. Sekoitettiin neljän minuutin ajan, jotta varmistuttiin homogeenisuudesta.

8. Sekoitin sammutettiin, pääseosdekantteria nostettiin, keittolevy työnnettiin sivuun, ja dekantterin alle tuotiin jäävesihaude ja laboratorionosturi. Jatkettiin tuotteen sekoittamista jäähauteessa, seuraten lämpötilaa ja vähentäen nopeutta tarpeen mukaan. Noin 1 - 2 minuutin aikana lämpötilan tulisi laskea noin 43 - 46 °C:n, missä kohdassa lisättiin jäljellä oleva puolikas elektrolyyttiliuoksesta, mikä ohensi tuotetta dramaattisesti. Sekoittamista jatkettiin vielä noin 3 - 4 minuutin ajan, jolloin lämpötilan tulisi saavuttaa ympäristön lämpötila. Sekoitin sammutettiin, tuote poistettiin ja punnittiin. PH mitattiin raa'asta tuotteesta ja noin 4 % vesiliuoksesta. Säädetty DEQA-pitoisuus laskettiin perustuen tuotteen lopulliseen painoon ja siirretyn esiseoksen painoon. Viskositeetti mitattiin Brookfield DVII -viskometrillä käyttäen karaa nro 2 60 rpm:llä sen jälkeen kun oli odotettu noin 1 h, jotta suurin osa ilmasta kohosi pois tuotteesta.

Esimerkki VII

Viskositeetin stabiilisuus

	1	2	3
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	25,0	25,0	25,0
Diesteri	23,5	23,5	23,5
Monoesteri	0,83	0,83	0,83
Metyylitallovaatti	0,3	0,3	0,3
Kookoskoliiniesterikloridi	-	-	2,5
Etanoli	-	2,8	-
$CaCl_2$	0,375	0,375	0,375
Vesi	loput	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

Esimerkki VII - Jatkuu

Viskositeetin stabiilisuus

	4	5	6
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	25,0	23,0	23,0
Diesteri	23,5	21,7	21,7
Monoesteri	0,83	0,76	0,76
Metyylitallovaatti	0,3	2,3	2,3
Kookoskoliiniesterikloridi	2,5	2,5	2,5
Etanoli	2,8	2,8	2,8
$CaCl_2$	0,375	0,375	0,375
Vesi	loput	loput	loput

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

Koostumusten valmistaminen

1. DEQA ja metyylitallovaatti sijoitettiin kierrepäiseen boorisilikaattiseen Waring-kennoon. Kenno suljettiin ja sijoitettiin -lämpötilaltaan 90 °C:n hauteeseen.

2. Vettä lämmitettiin kiehuvaksi ja sitten se punnittiin kierrepäiseen upokkaaseen. Kookoskoliiniesterikloridiliuotettiin lämmitettyyn veteen kirkkaan liuoksen muodostamiseksi. Tämä liuos pidettiin kuumana 90 °C:n lämpöhauteessa, kunnes DEQA/metyylitallovaattiseos oli kuumaa.

(Huom: Jonkin verran vettä jätettiin pois (reikä) $CaCl_2$:n myöhempää lisäystä varten.)

3. Kuuma koliiniesteriliuos kaadettiin kuumaan DEQA-seokseen suurleikkausnopeussekoittimella (Waring^R). Heti kun kaikki vesipohja oli siirretty, Waring-sekoittimen nopeus lisättiin täyteen nopeuteen. Tuloksena olevaa geeliä sekoitettiin silloin tällöin spaattelilla hyvän sekoituksen varmistamiseksi. Kuumaan seokseen lisättiin noin puoli grammaa noin 25-%:sta $CaCl_2$-varastoliuosta sekoittumisen auttamiseksi. Kun sekoittuminen oli täydellistä, Waring-astia suljettiin tiiviisti ja sen sisältö jäähdytettiin huoneenlämpötilaan juoksevalla, noin 20 °C:n hanavedellä.

4. Tuloksena olevaa nestemäistä tuotetta sekoitettiin voimakkaan leikkauksen alaisena (Tekmar^R T-25), jotta varmistuttiin siitä, että kaikki palaset dispergoituvat. Sitten tuloksena oleva neste jäähdytettiin uudelleen huoneenlämpötilaan ja varastoitiin lasiseen kierrepäiseen astiaan. Jäljelle jäänyt aukko täytettiin sitten 25-%:isella $CaCl_2$-liuoksella, jolloin $CaCl_2$:n kokonaismääräksi tuli noin 0,375 %. Veden hävikki otettiin nyt huomioon tässä vaiheessa (painon hävikin oletettiin olevan veden hävikkiä, ja tuote saatettiin 100 osaan). Viskositeetit mitattiin Brookfield^R Model DVII -viskometrillä käyttäen karaa nro 2 nopeudella 60 rpm.

Varastointipäivien lukumäärä kullekin syklille

Koostumus:	1	2	3	4	5	6
Sykli						
1	*	*	6	6	6	6
2	2	2	8	8	8	8
3	4	4	10	10	10	10
4	7	7	13	13	13	13
5	9	9	15	15	15	15
6	11	11	17	17	17	17
7	15	15	21	21	21	21
8	17	17	23	23	23	23

* Tuotteet jotka valmistettiin kolme päivää ennen sykliä 2.

Komponentin vaikutus viskositeettiin (cps)

Koostumus:	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
sykli						
alku	112	434	32,1	265	160	172
1 21 °C	118	696	36,1	237	90,2	130
2 21 °C	124	837	40,1	260	90,2	130
3 21 °C	130	925	36,1	249	90,2	130
4 21 °C	132	885	40,1	237	94,2	132
5 21 °C	146	1030	44,1	252	98,2	134
6 21 °C	144	1100	48,1	252	100	136
7 21 °C	146	1240	45,9	244	102	144
8 21 °C	146	1060	50,1	260	102	144
1 38 °C		38,1	588	174	409	
2 38 °C	146	kerma	36,1	496	195	450
3 38 °C	185	kerma	36,1	673	214	480
4 38 °C	195	kerma	34,1	591	244	466
5 38 °C	207	kerma	34,1	451	262	451
6 38 °C	244	kerma	34,1	508	279	438
7 38 °C	306	kerma	34,1	525	306	400
8 38 °C	314	kerma	35	480	306	364

Sykli koostui tuotteen varastoinnista (päivinä) ilmoitetussa lämpötilassa, mitä seurasi tasapainottaminen ympäristön lämpötilassa ja viskositeetin mittaaminen. Varastointiaika kussakin syklissä on ilmoitettu yllä olevassa taulukossa.

Edellä esitetyt tulokset kuvaavat matalan moolimassan orgaanisten liuotinten, kuten etanolin negatiivista, viskositeettiä kohottavaa, vaikutusta koostumukseen. Kationinen monoalkyyli-pinta-aktiivinen aine ja olennaiselta osin lineaarinen rasvahappoesteri, alhaisina määrinä, tuottavat hieman positiivista, viskositeettia alentavaa ja stabiloivaa aktiivisuutta.

Esimerkki VIII

Kiinteitä jauhemaisia koostumuksia plus vettä nestemäisten koostumusten muodostamiseksi

	1	2	3
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	8,1	7,74	6,00
Etoksyloitu rasva-alkoholi(2)	0,5	0,86	-
PGMS(3)	-	-	1,74
Kookoskoliiniesterikloridi	-	-	0,86
Pienemmät ainesosat (hajuste, vaahdonesto)	0,35	0,35	0,35
Viskositeetti (cps)	800	320	7

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

(2) 1 ja 2 ovat $C_{16-18}E_{18}$;
4 on $C_{16-18}E_{11}$;
5 on $C_{16-18}E_{18}$;
6 on $C_{16-18}E_{50}$; ja
7 on $C_{10}E_{11}$.

(3) Polyglyserolimonostearaatti jonka kauppanimi on Radiasurf 7248.

Esimerkki VIII - Jatkuu

	4	5	6
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA(1)	7,6	7,6	7,6
Etoksyloitu rasva-alkoholi(2)	1	1	1
Viskositeetti (cps)	350	322	125

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

(2) 1 ja 2 ovat $C_{16-18}E_{18}$;
4 on $C_{16-18}E_{11}$;
5 on $C_{16-18}E_{18}$;
6 on $C_{16-18}E_{50}$;
ja 7 on $C_{10}E_{11}$.

Esimerkki VIII - Jatkuu

Komponentti	7 paino-%	8 paino-%	9 paino-%
DEQA(1)	7,6	8,1	23,5
Etoksyloitu rasva-alkoholi(2)	1	-	-
PGMS(3)			
Kookoskoliiniesterikloridi	-	0,5	2,5
Pienemmät ainesosat (hajuste, vaahdonesto)	-	0,35	1,5
Elektrolyytti	-	-	0,4
Viskositeetti (cps)	37	35	150

(1) Di(tallovyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

(2) 1 ja 2 ovat $C_{16-18}E_{18}$;
4 on $C_{16-18}E_{11}$;
5 on $C_{16-18}E_{18}$;
6 on $C_{16-18}E_{50}$; ja
7 on $C_{10}E_{11}$.

(3) Polyglyserolimonostearaatti jonka kauppanimi on Radiasurf 7248.

Edellä mainitut netsemäiset koostumukset tehtiin vastaavista kiinteistä koostumuksista, joissa oli samaa aktiivista materiaalia, 100 % painosta, alla esitetyllä menettelyllä. Tämä osoittaa näiden kiinteiden partikkelimaisten koostumusten yllättävän kyvyn dispergoitua tehokkaasti yksinkertaisen lisäyksen jälkeen kädenlämpöiseen veteen kevyellä sekoituksella (esim. käsin ravistelemalla). Parempia tuloksia saadaan aikaan käyttämällä korkeampia lämpötiloja ja/tai tehokkaita sekoitusolosuhteita, esim. suurleikkausnopeussekoitusta, jauhamista jne. Myös lievät olosuhteet tuottavat kuitenkin hyväksyttäviä vesipohjaisia koostumuksia.

Menettelytapa

Sula DEQA sekoitettiin sulaan etoksyloituun rasvaalkoholiin tai sulaan kookoskoliiniesterikloridiin. Nume-

rossa 3 lisättiin myös sulaa PGMS:ää. Seos jäähdytettiin ja kiinteytettiin kaatamalla metallilevylle, ja sitten se jauhettiin. Liuotin poistettiin Rotovapor^{R}-laitteella (2 h 40 - 45 °C:ssa, maksimialipaine). Tuloksena saatu jauhe murskattiin ja seulottiin. Jauheen käyttö standardoitiin seuraavalla tavalla:

Aktiivisen kiintoaineen määrä oli 8,6 % (DEQA ja etoksyloitu rasva-alkoholi). Hanavettä lämmitettiin 35 °C:seen. Veteen lisättiin vaahdonestoainetta. Aktiivinen jauhe sekoitettiin hajustejauheen kanssa. Tätä seosta sumutettiin veteen jatkuvan sekoituksen kanssa (korkeintaan 2000 rpm 10 minuutin ajan). Tämä tuote jäähdytettiin jäähdytyskierukan avulla ennen varastointia. Tuore tuote siirrettiin pulloon ja jätettiin seisomaan sen jäähdyttämiseksi.

Esimerkki IX

Konsentroituja nestemäisiä pehmentäviä/antistaattisia koostumuksia

	1	2	3
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA[1]	21,4	21	18
Etoksyloitu rasva-alkoholi[2]	1,0	0,5	0,5
HCl	0,336	0,08	0,14
Lianirroituspolymeeri[3]	0,75	0,5	0,5
$CaCl_2$	3,00 %	4500 ppm	4500 ppm
Hajuste	1,20	1,20	1,2
Väriaine	0,006	-	-
Säilöntäaine[4]	0,02	-	-
Vaahdonesto[5]	0,004	-	-
Silikoni[6]	0,19	-	-
Imidatsoliiniesteri[7]	5,2	1,0	2,0
MTTMAC[8]	-	1,2	1,2
Sitruunahappo	0,12	-	-
Vesi	loput	loput	loput

Viskositeetit (cps):

Alussa (21 °C)	113	88	49
Vanhennettu (21 °C)	140	85	88
päiviä:	1	7	30

(1) Di(tallovoyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

(2) C_{16-18}-rasva-alkoholi jossa on E_{50}, kohdassa 1;
C_{16-18}-rasva-alkoholi jossa on E_{10}, kohdissa 2 ja 3.

(3) Etyleenioksidin ja tereftalaatin kopolymeeri, jolla on yleinen lianirroituskaava (C)(5) jossa kukin X on metyyli, kukin n on 40, u on 4, kukin R^1 on olennaiselta osin 1,4-fenyyliryhmiä, kukin R^2 on olennaiselta osin etyleeniä, 1,2-propyleeniryhmiä, tai näiden seoksia.

(4) Kathon (1,5 %).

(5) Dow Corning Antifoam 2210.

(6) Dow Corning Silicone DC-200, jonka viskositeetti on 1 cst.

(7) Ditalialkyyli-imidatsoliiniesteri.

(8) Monotalitrimetyyliammoniumkloridi.

Koostumuksella 1 on erinomainen staattisuussuorituskyky, pH:ssa 2,78. Nestemäisiä koostumuksia edellisten esimerkkien kohdista 2 ja 3 lisättiin tavanomaisen pesukoneen huuhteluohjelmiin viimeisen huuhtelun aikana. Huuhteluohjelmaan lisätty määrä oli yleisesti noin 10 ml - noin 150 ml (3,5 kg:a käsiteltävää kangasta varten), ja huuhteluveden lämpötila oli 21 °C (70 °F) tai alempi. Koostumuksilla 2 ja 3 oli erinomainen pehmennyskyky ja viskositeetin stabiilisuus.

1:n valmistus

DEQA, etoksyloitu rasva-alkoholi, lianirroituspolymeeri ja imidatsoliiniesteri yhdistettiin ja sekoitettiin 114 °C:ssa. Vesipohjaan lisättiin HCl ja sitruunahappo ja lämmitettiin 91 °C:seen. Esiseos ruiskutettiin kuumaan vesipohjaan noin 6 minuutin aikana voimakkaasti sekoittaen. Lisättiin hajusteen ja silikonin esiseos. Lisättiin $CaCl_2$ (1,55 %) noin 6 minuutin aikana. Tuote jäähdytettiin levy-

kehyslämmönvaihtimella 22 °C:seen. Jäähdytettyyn tuotteeseen lisättiin 0,45 % $CaCl_2$:a, Kathon, väriaine ja vaahdonesto. Yhden päivän kuluttua koostumukseen lisättiin 1,0 % $CaCl_2$:a.

2:n ja 3:n valmistaminen

DEQA, imidatsoliiniesteri, etoksyloitu rasva-alkoholi ja MTTMAC yhdistettiin ilmatiiviissä astiassa ja lämmitettiin 82 - 85 °C:seen 2 - 5 tunnin ajan riippuen panoskoosta. Lianirroituspolymeeri liuotettiin tislattuun veteen, joka oli hapotettu HCl:lla pH-arvoon 1,7. Astia suljettiin ilmatiiviisti ja lämmitettiin 72 °C:seen vesihauteella. Happo/vesipohja siirrettiin sekoitusastiaan, joka oli varustettu sekoitinmoottorilla, virtauksenmurtajilla ja vaihtelevalla kiekkosekoittimella, ja asetettu 70 °C:n hauteeseen. Esiseos kaadettiin tai pumpattiin hitaasti sekoitettuun vesipohjaan 2 - 3 minuutin aikana. Puolessa välissä esiseoksen lisäystä lisättiin 20 % $CaCl_2$:sta. Sekoitus nostettiin 1 100 - 1 200 rpm:ään. Loppu esiseoksesta lisättiin, mitä seurasi vielä 30 % $CaCl_2$:sta sekä hajuste. Koostumusta sekoitettiin Tekmar SD-45^R:llä yhden minuutin ajan 450 - 500 rpm:llä. Koostumus jäähdytettiin jäähauteella tai vaipallisella Hobart-sekoitusastialla sekoituksen alaisena, siten että koostumus jäähtyi huoneenlämpötilaan 5 - 8 minuutissa. Jäähtymisen aikana lisättiin loput $CaCl_2$:sta 45 °C:ssa.

Esimerkki X

Etoksyloitu rasva-alkoholi, rasva-amiini, rasvahappoamiini	**HLB**	**Tuore viskositeetti (cps)**
1. $C_{13-15}E_8$	12,5	1300
2. $C_{13-15}E_{11}$	14	1300
3. $C_{13-15}E_{30}$	17	1300
4. $C_{12-14}E_8$	13	75
5. $C_{16-18}E_{11}$	13	36-45
6. $C_{16-18}E_{18}$	13	40-44

7. $C_{16-18}E_{25}$	16	44
8. $C_{16-18}E_{50}$	18	57
9. $C_{10}E_3$ (oksoalkoholi)	9	10000
10. $C_{01}E_7$ (oksoalkoholi)	13	10000
11. $C_{10}E_8$ (oksoalkoholi)	14	10000
12. $C_{10}E_{11}$ (oksoalkoholi)	15	10000
13. $C_{13}E_3$ (oksoalkoholi)	8	70
14. $C_{13}E_5$ (oksoalkoholi)	10	11
15. $C_{13}E_8$ (oksoalkoholi)	13	6000
16. $C_{13}E_{12}$ (oksoalkoholi)	14,5	6000
17. Rasva-amiini E_{12}	-	geeli
18. Rasva-amiini E_{10}	-	geeli
19. Emulan OU (rasva-alkoholi-etoksylaatti)	17	900
20. Emulan OG (rasva-alkoholi-etoksylaatti)	17	900

Kaikkia alkoholeja on 1,5 % yhdistelmässä 24,5 %:n DEQA:a kanssa.

Esimerkki X - jatkuu

Etoksyloitu rasva-alkoholi, rasva-amiini, rasvahappoamiini	**Päivä 1 RT 20-25 °C**	**Päivä 3 RT 20-25 °C**	**Päivä 1 4 °C**
1. $C_{13-15}E_8$	geeli	geeli	geeli
2. $C_{13-15}E_{11}$	geeli	geeli	geeli
3. $C_{13-15}E_{30}$	geeli	geeli	geeli
4. $C_{12-14}E_8$	6700	geeli	geeli
5. $C_{16-18}E_{11}$	32-45	32-50	50-200
6. $C_{16-18}E_{18}$	37-43	40-45	39-60
7. $C_{16-18}E_{25}$	45	46	geeli
8. $C_{16-18}E_{50}$	-	75	-
9. $C_{10}E_3$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
10. $C_{01}E_7$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
11. $C_{10}E_8$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
12. $C_{10}E_{11}$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
13. $C_{13}E_3$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli

14. $C_{13}E_5$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
15. $C_{13}E_8$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
16. $C_{13}E_{12}$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
17. Rasva-amiini E_{12}	geeli	geeli	geeli
18. Rasva-amiini E_{10}	geeli	geeli	geeli
19. Emulan OU (rasva-alkoholi-etoksylaatti)	geeli	geeli	geeli
20. Emulan OG (rasva-alkoholi-etoksylaatti)	geeli	geeli	geeli

Kaikkia alkoholeja on 1,5 % yhdistelmässä 24,5 %:n DEQA:a kanssa.

Esimerkki X - jatkuu

Etoksyloitu rasva-alkoholi, rasva-amiini, rasvahappoamiini	**Päivä 3 RT 4 °C**	**Päivä 1 RT 10 °C**	**Päivä 3 10 °C**
1. $C_{13-15}E_8$	geeli	geeli	geeli
2. $C_{13-15}E_{11}$	geeli	geeli	geeli
3. $C_{13-15}E_{30}$	geeli	geeli	geeli
4. $C_{12-14}E_8$	-	geeli	-
5. $C_{16-18}E_{11}$	200-geeli	40-110	60-140
6. $C_{16-18}E_{18}$	geeli	39-60	160-geeli
7. $C_{16-18}E_{25}$	geeli	-	170-geeli
8. $C_{16-18}E_{50}$	geeli	-	8000
9. $C_{10}E_3$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
10. $C_{01}E_7$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
11. $C_{10}E_8$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
12. $C_{10}E_{11}$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
13. $C_{13}E_3$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
14. $C_{13}E_5$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
15. $C_{13}E_8$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
16. $C_{13}E_{12}$ (oksoalkoholi)	geeli	geeli	geeli
17. Rasva-amiini E_{12}	geeli	geeli	geeli
18. Rasva-amiini E_{10}	geeli	geeli	geeli
19. Emulan OU (rasva-alkoholi-etoksylaatti)	geeli	geeli	geeli

20. Emulan OG (rasva-alkoholi-
etoksylaatti) geeli geeli geeli

Kaikkia alkoholeja on 1,5 % yhdistelmässä 24,5 %:n DEQA:a kanssa.

Edellä esitetyt tulokset esittävät valikoimaa ionittomista pinta-aktiivista aineista yhdistelminä DEQA:n kanssa. Alkuperäiset tuotteiden viskositeetit ovat edullisia laajalla koostumusten alueella, ja talialkoholietoksylaattikoostumuksilla on kaikkein edullisimmat viskositeettistabiilisuusprofiilit.

Esimerkki XI

DEQA-esiseoksen fluidisointi/viskositeetti (cps) 95 °C:ssa

Komponentit	**suhde**	**Viskositeetti (cps)**
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}	10:1	7200
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}/MTTMAC(2)	10:1:1	800
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}/IA(3)	10:1:1	1070
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}/IAS(4)	10:1:1	500
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}/IE(5)	9:1:1	40
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{10}/IE(5)	5:5:1	60
DEQA(1)/C_{12-13} alkoholi E_{12}	10:1:1	2660
DEQA(1)/C_{12-13} alkoholi E_{12}/MTTMAC(2)	10:1:1	3450
DEQA(1)/C_{12-13} alkoholi E_{12}/IA(3)	10:1:1	1000
DEQA(1)/C_{12-13} alkoholi E_{12}/IAS(4)	10:1:1	440
DEQA(1)/C_{14-15} alkoholi E_{100}	10:1	280000
DEQA(1)/C_{14-15} alkoholi E_{100}/MTTMAC(2)	10:1:1	4250
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{20}	10:1	7300
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{20}/MTTMAC(2)	10:1:1	5600
DEQA(1)/C_{18} alkoholi E_{20}/IA(3)	10:1:1	840

(1) Di(tallovoyloksietyyli)dimetyyliammoniumkloridi.

(2) Monotalitrimetyyliammoniumkloridi.

(3) Talihydroksietyyli-imidatsoliini - Varine HT^R.

(4) Stearyylihydroksietyyli-imidatsoliini - Schercozoline S^R

(5) Ditalialkyyli-imidatsoliiniesteri.

Edellä olevat tulokset osoittavat, että esiseoksen viskositeetti alenee lisättäessä fluidisoivaa ainetta DEQA:n/ionittoman pinta-aktiivisen aineen esiseoksiin. Kaikki ainesosat (DEQA, esiseoksen fluidisointiaine sekä viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaine), sijoitettiin dekantterilasissa uuniin 95 °C:seen, kunnes ne sulivat. Viskositeetti mitattiin käyttäen Brookfield-viskometriä (Kara nro 5 95 °C:ssa). Nämä esiseokset voidaan kiinteyttää sellaisten jauhemaisten koostumusten muodostamiseksi, joiden partikkelikoko on noin 50 - noin 1 000 mikronia, tai ruiskuttaa 70 - 72 °C veteen suurella leikkausnopeudella muodostaen konsentroituja, 24,5-%:isia DEQA:n nestemäisiä koostumuksia.

Esimerkki XII

Konsentroitujen dispersioiden viskositeetti koliiniesterin kanssa

	1	2	3	4
Komponentti	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**	**paino-%**
DEQA[1]	20	20	20	20
$CaCl_2$	0,375	0,375	0,375	0,375
C_{12}-koliiniesteri-kloridi	-	2	-	2
Vesi	loput	loput	loput	loput

(1) 2,3-di(tallovoyloksietyyli)propyylitrimetyyliammoniumkloridi 1:ssä ja 2:ssa; di(tallovoyloksietyyli)(hydroksietyyli)metyyliammoniumsulfaatti 3:ssa ja 4:ssä.

Yhden pitkän alkyyliketjun kationisen pinta-aktiivisen aineen lisääminen parantaa dispersioiden juoksevuutta ja stabiilisuutta.

1:n varastointiprofiili (cps)

Tuore = (867)	**Huoneenlämpötila**
1 päivän jälkeen:	kerma
3 päivän jälkeen:	kerma
31 päivän jälkeen:	kerma

2:n varastointiprofiili (cps)

Tuore = (115)	**Huoneenlämpötila**
1 päivän jälkeen:	2940
3 päivän jälkeen:	1700
31 päivän jälkeen:	280

3:n varastointiprofiili (cps)

Tuore = (kerma)	**Huoneenlämpötila**
1 päivän jälkeen:	kerma
3 päivän jälkeen:	kerma
31 päivän jälkeen:	kerma

4:n varastointiprofiili (cps)

Tuore = (57)	**Huoneenlämpötila**
1 päivän jälkeen:	35
3 päivän jälkeen:	39
31 päivän jälkeen:	124

1:n ja 3:n valmistaminen

DEQA kuivattiin vakiopainoon käyttäen pyöröhaihdutinta. Kuivattu kiintoaine sijoitettiin Waring-kennoon ja lämmitettiin noin 110 °C:seen 1:ssä ja noin 90 °C:seen 3:ssa. Kiehuvaa vettä kaadettiin sulan DEQA:n päälle sekoittaen suurella leikkausnopeudella. Yksi kolmasosa $CaCl_2$:n kokonaismäärästä lisättiin (kuumana), mikä johti seoksen ohenemiseen. Kun seos näytti homogeeniselta, jäähdytettiin huoneenlämpötilaan 20 °C:n vesihauteella. Jäähtymisen jälkeen lisättiin loput $CaCl_2$:sta Waring-sekoittimella. Dispersio paksuni sekoitusta jatkettaessa. Dispersio jäähdytettiin huoneenlämpötilaan. Lähtöviskositeetti (Brookfield LVTD VIII) oli 867 cps 1:ssä. 3:ssa dispersio muuttui kermaksi ja pysyi kermana jäähtyessään.

2:n ja 4:n valmistaminen

Kuivattu DEQA yhdistettiin C_{12}-koliiniesterikloridiin ja lämmitettiin ruostumattomasta teräksestä valmistetussa Waring-kennossa noin 110 °C:seen 2:ssa ja noin 90 °C:seen 4:ssä. Kiehuvaa vettä kaadettiin sulan seoksen ylle suurella leikkausnopeudella. Lisättiin yksi kolmasosa

$CaCl_2$:n kokonaismäärästä, mikä tuotti tuloksena ohuen dispersion. Jäähdytettiin huoneenlämpötilaan 20 °C:n hauteella. Jäähtyneeseen näytteeseen lisättiin loput $CaCl_2$:sta. Sekoitettaessa tämä dispersio muuttui erittäin ohueksi. Jauhettiin Tekmar^R T25-myllyssä ja jäähdytettiin huoneenlämpötilaan. Lähtöviskositeetti (Brookfield LVTD VII) oli 115 cps 2:ssa ja 57 cps 4:ssä.

Kaikki edellä olevien esimerkkien koostumukset, käytettyinä tavanomaisen automaattisen pyykinpesuprosessin huuhteluvaiheessa määränä, joka tuotti DEQA:n pitoisuuden noin 500 ppm, tuottivat hyvän pehmennyksen. Kun DEQA korvattiin edellä olevissa esimerkeissä vastaavilla DEQA:lla, joissa joko hydroksietyyliryhmä korvaa yhden metyyliryhmän tai DEQA on trimetyyliditallovoyloksiglyseryyliammoniumkloridi, saatiin olennaiselta osin samanlaisia tuloksia siinä mielessä, että saatiin aikaan konsentroituja kiinteitä jauhemaisia koostumuksia ja stabiileja konsentroituja nestemäisiä koostumuksia; esiseoksilla oli tyydyttävän alhaiset viskositeetit; ja tekstiilit pehmenivät.

Patenttivaatimukset:

1. Konsentroitu kationinen tekstiilejä pehmentävä koostumus, joka on t u n n e t t u siitä, että se on valittu ryhmästä johon kuuluvat:

I. Kiinteä jauhemainen koostumus joka sisältää:

(A) noin 50 % - noin 95 %, edullisesti noin 60 % - noin 90 %, diesteri-kvaternaarista ammonium-tekstiilienpehmennysyhdistettä, joka on edullisesti valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

(1) yhdiste jolla on kaava:

$$(R)_{4-m} - N^+ - [(CH_2)_n - Y - R^2]_m \; X^-$$

jossa

kukin Y = -O-(O)C-, tai -C(O)-O-;

m = 2 tai 3, edullisesti 2;

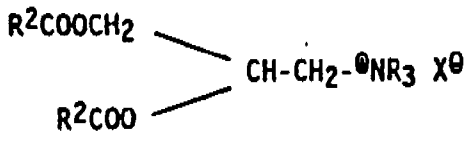
n on 1 - 4;

kukin R on C_{1-6}-alkyyli, hydroksialkyyliryhmä, bentsyyliryhmä tai näiden seos, edullisesti kukin R on C_{1-6}-alkyyliryhmä tai, myös edullisesti, yksi R on C_{1-6}-alkyyliryhmä ja yksi R on C_{1-6}-hydroksialkyyliryhmä;

kukin R^2 on C_{12-22}-hiilivety- tai substituoitu hiilivetysubstituentti; ja

X^- on mikä tahansa pehmennysaineen kanssa yhteensopiva anioni;

(2) yhdiste jolla on kaava:



jossa

kukin R on C_{1-4}-alkyyli-, hydroksialkyyli-, bentsyyliryhmä tai näiden seos, edullisesti kukin R on metyyliryhmä;

kukin R^2 on C_{11-22}-alkyyliryhmä, edullisesti kukin R^2 on C_{16-18}-alkyyliryhmä; ja

X^- on mikä tahansa vesiliukoinen anioni; ja

(3) näiden seokset; ja

(B) noin 3 - noin 30 %, edullisesti noin 5 - noin 20 %, viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiainetta joka on valittu ryhmästä johon kuuluvat:

(1) yhden pitkän alkyyliketjun kationinen pinta-aktiivinen aine, edullisesti tehokkaana määränä, joka on korkeintaan noin 15 % koostumuksesta ja edullisesti se on C_{12-14}-koliiniesteri;

(2) ioniton pinta-aktiivinen aine, jossa on vähintään 8 etoksiryhmää, edullisesti tehokkaana määränä korkeintaan noin 20 % koostumuksesta ja edullisesti se on C_{10-14}-alkoholi, jossa on poly(10-18)-etoksylaattia; ja

(3) näiden seokset;

jossa (A):n suhde (B):hen on noin 15:1 - noin 2:1; ja partikkelikoko on noin 50 - noin 1 000 mikronia; ja partikkelikoko on noin 50 - noin 1 000 mikronia; ja

II. konsentroitu nestemäinen koostumus joka sisältää:

(A) noin 15 - noin 50 %, edullisesti noin 15 - noin 35 % biohajoavaa kvaternaarista diesteriammonium-tekstiilienpehmennysyhdistettä, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

(1) yhdiste jolla on kaava:

$$(R)_{4-m} - N^+ - [(CH_2)_n - Y - R^2]_m \; X^-$$

jossa

kukin Y = -O-(O)C-, tai -C(O)-O-;

m = 2 tai 3, edullisesti 2;

n on 1 - 4;

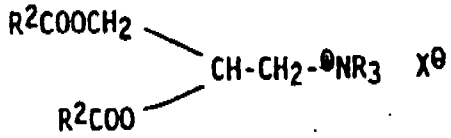
kukin R on C_{1-6}-alkyyli, hydroksialkyyliryhmä, bentsyyliryhmä tai näiden seos, edullisesti kukin R on C_{1-6}-al-

kyyliryhmä tai yksi R on C_{1-6}-alkyyliryhmä ja yksi R on C_{1-6}-hydroksialkyyliryhmä;

kukin R^2 on C_{12-22}-hiilivety- tai substituoitu hiilivetysubstituentti; ja

X^- on mikä tahansa pehmennysaineen kanssa yhteensopiva anioni;

(2) yhdiste jolla on kaava:



jossa

kukin R on C_{1-4}-alkyyli-, hydroksialkyyli-, bentsyyliryhmä tai näiden seos, edullisesti kukin R on metyyliryhmä;

kukin R^2 on C_{11-22}-alkyyliryhmä, edullisesti kukin R^2 on C_{16-18}-alkyyliryhmä; ja

X^- on mikä tahansa vesiliukoinen anioni; ja

(3) näiden seokset; ja

(B) noin 0,1 - noin 30 %, edullisesti noin 0,2 - noin 20 %, viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiainetta, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

(1) yhden pitkän alkyyliketjun kationinen pinta-aktiivinen aine, edullisesti tehokkaana määränä joka on korkeintaan noin 15 % koostumuksesta ja edullisesti se on C_{12-18}-koliiniesteri;

(2) ioniton pinta-aktiivinen aine, edullisesti tehokkaana määränä korkeintaan noin 5 % koostumuksesta ja edullisesti siinä on noin 8 - noin 30 etoksylaattia, ja edullisemmin se on C_{16-18}-alkoholietoksylaatti, jossa on noin 10 - noin 15 etoksylaattia tai noin 20 - noin 30 etoksylaattia; ja

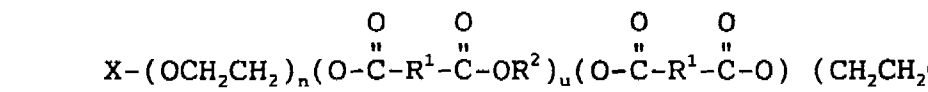
(3) näiden seokset; ja

(C) nestemäistä kantaja-ainetta;

jossa II.(A):n suhde II.(B):hen on noin 8:1 - noin 30:1; ja jossa veden määrä II:n nestemäisessä kantaja-aineessa on enemmän kuin noin 50 % kantaja-aineen painosta; ja

jossa mainittu kvaternaarinen diesteriammonium-tekstiilienpehmennysyhdiste sekä I:ssä että II:ssa on vähintään 80-%:isesti diesteriä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kationinen tekstiilien pehmennysaine, t u n n e t t u siitä, että se sisältää lisäksi tehokkaan määrän, korkeintaan noin 10 %, lianirroituspolymeeriä jonka kaava on:



jossa
kukin X on C_{1-4}-alkyyli- tai asyyliryhmä tai vety, edullisesti kukin X on metyyli;
kukin n on 6 - 113, edullisesti noin 40;
u on olennaiselta osin alle noin 10, edullisesti noin 4;
kukin R^1 on olennaiselta osin fenyleeni-, aryleeni-, alkaryleeni-, alkyleeni-, alkenyleeniryhmiä tai näiden seoksia, edullisesti 1,4-fenyleeniryhmiä;
kukin R^2 on olennaiselta osin etyleeniä tai substitoituja etyleeni, 1,2-propyleeniryhmiä tai näiden seoksia, edullisesti etyleeni, 1,2-propyleeniryhmiä tai seoksia;
jossa mainittu polymeeri tuottaa parantuneen stabiilisuuden kohdan II konsentroiduille nestemäisille koostumuksille ja niille nestemäisille koostumuksille, jotka on valmistettu lisäämällä vettä mainittuihin kohdan I jauhemaisiin koostumuksiin.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai patenttivaatimuksen 2 mukainen kationinen tekstiilien pehmennyskoostumus, t u n n e t t u siitä, että se lisäksi sisältää tehokkaan määrän aktiivisen ainesosan dispergoimiseksi ionitonta polyglyserolimonostearaatti-tekstiilien pehmennysainetta

ja/tai tehokkaan määrän, joka on korkeintaan noin 20 % nestemäisissä koostumuksissa ja korkeintaan noin 40 % kiinteissä jauhemaisissa koostumuksissa, disubstituoitua imidatsoliinia staattisuuden kontrolloimiseksi.

4. Minkä tahansa edeltävistä patenttivaatimuksista mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu käyttäen sulaa esiseosta, joka koostuu olennaiselta osin: (A) kvaternaarisesta diesteriammoniumyhdisteestä, valinnaisesti, (B) viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaineesta, ja (C) esiseoksen fluidisointiaineesta, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

1. lineaariset rasvamonoesterit;

2. lyhytketjuiset (C_{1-3}) alkoholit;

3. disubstituoidut imidatsoliiniesteri-pehmennysaineet;

4. imidatsoliini tai imidatsoliinialkoholit;

5. yhden pitkän alkyyliketjun kationinen pinta-aktiivinen aine;

6. kahden pitkän ketjun amiinit ja kahden pitkän ketjun esteriamiinit, yhden pitkän ketjun amiinit ja yhden pitkän ketjun esteriamiinit ja/tai amiinioksidit;

7. alkyyli- tai alkenyylimeripihkahappoanhydridit tai -hapot, pitkäketjuiset rasva-alkoholit ja/tai rasvahapot; ja

8. näiden seokset; ja

edullisesti (C) on valittu ryhmästä, johon kuuluvat 1, 3, 4, 5 ja näiden seokset.

5. Patenttivaatimuksen 1(II) mukainen nestemäinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että (B) on kationinen C_{10-18}-alkyylitrimetyyliammonium-viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaine.

6. Patenttivaatimuksen 1(II) mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että (B) on ioniton pinta-aktiivinen aine tehokkaana määränä korkeintaan noin 5 % koostumuksesta, edullisesti siinä on noin 8 - noin 30 etoksiryh-

mää, edullisemmin se on C_{16-18}-alkoholi, joka on etoksyloitu noin 10 - noin 15 etoksylaatilla tai etoksyloitu noin 20 - noin 30 etoksylaatilla.

7. Minkä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 4 mukainen kiinteä jauhemainen koostumus, joka soveltuu nestemäisten koostumusten valmistamiseen määränä noin 5 % - noin 50 % kvaternaarista diesteriammoniumyhdistettä, t u n n e t t u siitä, että mainittu kiinteä jauhemainen koostumus sisältää lisäksi ainakin yhtä ainesosaa, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat: noin 0,005 - noin 5 % epäorgaanista elektrolyyttiä, noin 0,3 - noin 3 % lianirroituspolymeeriä, tehokas määrä hajustetta, väriainetta, vaahdonestoainetta, virtausapuainetta, tai näiden seosta, mainitun stabiilisuuden parantamiseksi

8. Menetelmä minkä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 4 mukaisten kiinteiden jauhemaisten koostumusten, I, jotka soveltuvat nestemäisten koostumusten valmistamiseen, ja jotka sisältävät noin 5 - noin 50 % kvaternaarista diesteriammoniumyhdistettä, valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se sisältää vaiheet:

1. sekoitetaan DEQA, viskositeetin ja/tai dispergoituvuuden modifiointiaine valinnaisen esiseoksen fluidisointiaineen, lianirroituspolymeerin ja ionittoman pehmennysaineen kanssaesiseoksen muodostamiseksi;

2. kiinteytetään mainittu esiseos jäähdyttämällä;

3. murskataan tuloksena saatu kiinteytetty esiseos hienojakoiseksi jauheeksi;

4. poistetaan liuotin lämmittämällä ja/tai alipaineuutolla ja sen jälkeen seulotaan mainittu hienojakoinen jauhe;

5. lisätään valinnainen hajuste, vaahdonestoaine ja elektrolyytti;

6. agglomeroidaan pölyämättömän, vapaasti juoksevan jauheen muodostamiseksi;

7. lisätään valinnainen väriaine ja virtausapuaineet parantamaan rakeiden esteettisiä tai fysikaalisia ominaisuuksia.

9. Menetelmä nestemäisten pehmennysainekoostumusten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää vaiheet:

(a) lisätään minkä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 4 mukaista kiinteää jauhemaista koostumusta veteen, jonka lämpötila on noin 20 - noin 90 °C, ja keskimääräisen partikkelihalkaisijan ollessa edullisesti noin 50 - noin 1 000 mikronia; ja

(b) sekoitetaan seosta;

jossa tuloksena olevassa nestemäisessä koostumuksessa on noin 5 - noin 50 % kvaternaarista diesteriammonium-tekstiilienpehmennysyhdistettä ja noin 0,1 - noin 30 % viskositeetin ja/tai disprgoituvuuden modifiointiainetta.

10. Menetelmä tekstiilien pehmentämiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää tehokkaan määrän minkä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 4 mukaista kiinteää jauhemaista koostumusta lisäämisen suoraan pesukoneen huuhteluohjelman veteen.

Patentkrav:

1. Koncentrerad, katjonisk tygavivagekomposition, k ä n n e t e c k n a d av, att den valts ur gruppen bestående av

I. en fast partikelformad komposition som omfattar:

(A) ca. 50 - 95 %, företrädesvis ca. 60 - 90 % av diester-(kvartär ammonium)tygavivageförening som företrädesvis valts ur gruppen bestående av

(1) en förening med formeln

$$(R)_{4-m} - N^+ - [(CH_2)_n - Y - R^2]_m \; X^-$$

vari varje Y är -O-(O)C- eller -C(O)-O-;

m är 2 eller 3, företrädesvis 2;

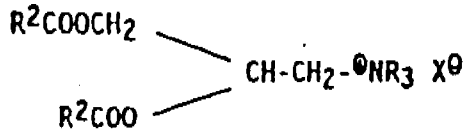
n är 1 - 4;

varje R är C_{1-6}-alkyl, en hydroxialkylgrupp, en bensylgrupp, eller blandningar därav och företrädesvis är varje R en C_{1-6}-alkylgrupp eller ett R är även företrädesvis en C_{1-6}-alkylgrupp och ett R är en C_{1-6}-hydroxialkylgrupp;

varje R^2 är en C_{12-22}-hydrokarbyl- eller substituerad hydrokarbylsubstituent; och

X^- är någon för avivagemedel lämplig anjon;

(2) en förening med formeln



vari varje R är en C_{1-4}-alkyl-, hydroxialkyl-, bensylgrupp eller blandningar därav, företrädesvis är varje R en metylgrupp;

varje R^2 är en C_{11-22}-alkylgrupp och företrädesvis är varje R^2 en C_{16-18}-alkylgrupp; och

X^- är någon vattenlöslig anjon; och

(3) blandningar därav, och

(B) ca. 3 - 30 %, företrädesvis ca. 5 - 20 % av en viskositets- och/eller dispergerbarhetsmodifikator som valts ur gruppen bestående av

(1) enkellångkedjade katjoniska alkylytaktiva medel, företrädesvis i en effektiv grad av upp till ca. 15 % av kompositionen och företrädesvis en C_{12-14}-kolinester;

(2) ett joniskt inaktivt, ytaktivt medel med åtminstone 8 etoxidelar, företrädesvis i en effektiv grad av upp till ca. 20 % av kompositionen och företrädesvis bestående av en C_{10-14}-alkohol med poly(10-18)etoxilat; och

(3) blandningar därav;

varvid förhållandet (A) till (B) är ca. 15:1 - 2:1 och partikelstorleken är ca. 50 - 1 000 mikron; och

II. en koncentrerad vätskekomposition som omfattar

(A) ca. 15 - 50 %, företrädesvis ca. 15 - 35 % av en bionedbrytbar diester(kvartärt ammonium)-tygavivageförening som valts bland

(1) en förening med formeln

$$(R)_{4-m} - N^{+} - [(CH_2)_n - Y - R^2]_m \; X^{-}$$

vari varje Y är -O-(O)C- eller -C-(O)-O-;

m är 2 eller 3, företrädesvis 2;

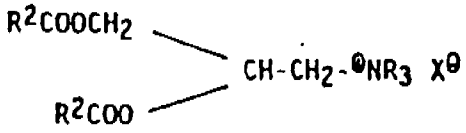
n är 1 - 4;

varje R är C_{1-6}-alkyl, en hydroxialkylgrupp, en bensylgrupp, eller blandningar därav och företrädesvis är varje R en C_{1-6}-alkylgrupp eller ett R är även företrädesvis en C_{1-6}-alkylgrupp och ett R är en C_{1-6}-hydroxialkylgrupp;

varje R^2 är en C_{12-22}-hydrokarbyl- eller substituerad hydrokarbylsubstituent; och

X^- är någon för avivagemedel lämplig anjon;

(2) en förening med formeln



vari varje R är en C_{1-4}-alkyl-, hydroxialkyl-, bensylgrupp eller blandningar därav, företrädesvis är varje R en metylgrupp;

varje R^2 är en C_{11-22}-alkylgrupp och företrädesvis är varje R^2 en C_{16-18}-alkylgrupp; och

X^- är någon vattenlöslig anjon; och

(3) blandningar därav, och

(B) ca. 0,1 - 30 %, företrädesvis ca. 0,2 - 20 % av en viskositets- och/eller dispergerbarhetsmodifikator som valts bland

(1) en kellångkedjade, katjoniska, alkylytaktiva medel, företrädesvis i en effektiv grad av upp till ca. 15 % av kompositionen och företrädesvis en C_{12-18}-kolinester;

(2) ett joniskt inaktivt, ytaktivt medel, företrädesvis i en effektiv grad av upp till ca. 5 % av kompositionen och företrädesvis med ca. 8 - 30 etoxilater, och allra helst består det av ett C_{16-18}-alkoholetoxilat med ca. 20 - 30 etoxilater; och

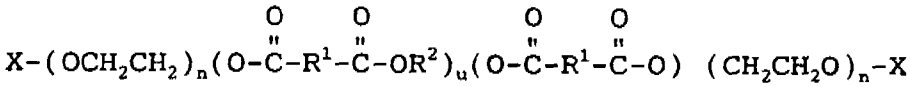
(3) blandningar därav; och

(C) en flytande bärare,

varvid förhållande II.(A) till II.(B) är ca. 8:1 - 30:1 och graden vatten i vätskebäraren i II. överstiger ca. 50 vikt% av bäraren; och

vari diester(kvartärt ammonium)-avivageförening i både I. och II. består av åtminstone ca. 80 % diester.

2. Katjonisk tygavivagekomposition enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d av, att den ytterligare omfattar en effektiv mängd upp till ca. 10 % av en smutslösgöringspolymer med formeln



vari

varje X är C_{1-4}-alkyl- eller acylgrupper, eller väte, och företrädesvs är varje X metyl;
varje n är 6 - 113, företrädesvis ca. 40;
u är väsentligen mindre än ca. 10, företrädesvis ca. 4;
varje R^1 är väsentligen fenylen-, arylen-, alkarylen-, alkylen-, alkenylendelar eller blandningar därav, företrädesvis 1,4-fenylendelar;
varje R^2 är väsentligen etylen-, substituerade etylen-, 1,2-propylendelar eller blandningar därav;
varvid nämnda polymer erbjuder förbättrad stabilitet för koncentrerade vätskekompositioner av II och för sådana vätskekompositioner som framställts genom tillsättning av vatten i de partikelformade kompositionerna av I.

3. Katjonisk tygavivagekomposition enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d av, att den för dispergering av den aktiva ingrediensen ytterligare innehåller en effektiv mängd av en joniskt inaktiv polyglycerolmonosterat-tygavivageförening och/eller en effektiv mängd di-substituerat imidazolin i en grad av ca. 20 % för vätskekompositioner och upp till ca. 40 % för fasta, partikelformade kompositioner, för statisk kontroll.

4. Komposition enligt något av ovanstående patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av, att den framställts genom användande av en smält förblandning, vilken väsentligen består av (A) en kvartär diesterammoniumförening, valfritt (B) viskositets-och/eller dispergerbarhetmodifikatorer och (C) ett förblandningen fluidiserande medel, vilket valts ur gruppen bestående av:

1) linjära fettsyramonoestrar;

2) kortkedjade C_{1-3}-alkoholer;

3) disubstituerade imidazolinester-avivageföreningar;

4) imidazolin- eller imidazolinalkoholer;

5) katjonisk, ytaktiv enkellångkedjad alkyl;

6) di-långkedjade aminer och di-långkedjade esteraminer, mono-långkedjade aminer och mono-långkedjade esteraminer och/eller aminoxider;

7) alkyl- eller alkenyl-bärnstenssyraanhydrider eller syror, långkedjade fettsyraalkoholer och/eller fettsyror; och

8) blandningar därav;

varvid (C) företrädesvis valts ur gruppen bestående av 1, 3, 4, 5 och blandningar därav.

5. Flytande komposition enligt patentkrav 1(II), k ä n n e t e c k n a d av, att (B) är en katjonisk viskositets- och/eller dispergerbarhetsmodifikator i form av C_{10-18}-alkyltrimetylammonium.

6. Komposition enligt patentkrav 1(II), k ä n n e t e c k n a d av, att (B) är ett joniskt inaktivt, ytaktivt medel i en effektiv mängd av upp till ca. 5 % av kompositionen och företrädesvis med ca. 8 - 30 etoxidelar, allra helst en C_{16-18}-alkohol som etoxilerats med ca. 10 - 15 etoxilater eller etoxilerad med ca. 20 - 30 etoxilater.

7. Fast, partikelformad komposition enligt något av patentkraven 1 - 4 och lämplig för framställning av flytande kompositioner som innehåller ca. 5 - 50 % kvartära diesterammoniumföreningar, varvid den fasta, partikelformade kompositionen ytterligare innehåller åtminstone en ingrediens som valts ur gruppen bestående av ca. 0,05 - 5 % oorganisk elektrolyt, ca. 0,3 - 3 % smutslösgörande polymer, en effektiv mängd parfym, färgämne, antiskummedel, flythjälpmedel eller blandningar därav, för förbättrande av stabiliteten hos kompositionen.

8. Förfarande för framställning av fasta, partikelformade kompositioner I enligt något av patentkraven 1 - 4 och lämpliga för bildande av flytande kompositioner som innehåller ca. 5 - 50 % kvartära diesterammoniumföreningar, k ä n n e t e c k n a t av, att det omfattar steg, vid vilka man

1) blandar DEQA, en viskositets- och/eller dispergerbarhetsmodifikator med en valfri fluidiserande förblandning, en smutslösgöringspolymer och ett joniskt inaktivt avivagemedel för bildande av en blandad förblandning;

2) solidifierar den blandade förblandningen genom avkylning;

3) malar den resulterande, solidifierade förblandningen till ett fint pulver;

4) avlägsnar eventuellt lösningsmedel genom uppvärmning och/eller vakuumextraktion och därefter siktar det fina pulvret;

5) valfritt tillsätter parfym, antiskummedel och elektrolyt;

6) agglomererar för bildande av dammfritt, frityflytande pulver;

7) eventuellt tillsätter färgämne och flythjälpmedel för förbättrande av de estetiska eller fysikaliska egenskaperna hos granulaterna.

9. Förfarande för framställning av flytande avivagekompositioner, k ä n n e t e c k n a t av, att det omfattar steg, vid vilka man

(a) tillsätter de fasta, partikelformade kompositionerna enligt något av patentkraven 1 - 4 i vatten med en temperatur från ca. 20 - 90 °C, varvid kompositionerna företrädesvis har en medelpartikeldiameter av ca. 50 - 1 000 mikron; och

(b) omrör blandningen;

varvid den resulterande, flytande kompositionen innehåller ca. 5 - 50 % kvartär diesterammonium-avivageförening och ca. 0,1 - 30 % viskositets- och/eller dispergerbarhetsmodifikator.

10. Förfarande för uppmjukning av tyger, k ä n n e t e c k n a t av, att man tillsätter en effektiv mängd av de fasta, partikelformade kompositionerna enligt något av patentkraven 1 - 4 direkt i tvättmaskinens sköljvattencykel.