



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 695 30 700 T2 2004.03.25**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 787 176 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **695 30 700.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US95/13202**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **95 936 329.2**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 96/012785**

(86) PCT-Anmeldetag: **13.10.1995**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **02.05.1996**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **06.08.1997**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **07.05.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **25.03.2004**

(51) Int Cl.⁷: **C11D 3/50**
C11D 1/62, C11D 3/00

(30) Unionspriorität:
326555 20.10.1994 US

(73) Patentinhaber:
**The Procter & Gamble Company, Cincinnati, Ohio,
US**

(74) Vertreter:
**TER MEER STEINMEISTER & Partner GbR
Patentanwälte, 81679 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LI, LU,
NL, PT, SE**

(72) Erfinder:
**BACON, Ray, Dennis, Milford, US; TRINH, Toan,
Maineville, US**

(54) Bezeichnung: **WÄSCHEWEICHSPÜLMITTEL MIT VERMINDERTER UMWELTBELASTUNG**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung**Gebiet der Erfindung**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft flüssige und dem Spülgang zuzugebende granuläre, biologisch abbaubare Textilweichmacherzusammensetzungen, kombiniert mit wirksamen beständigen Duftstoffzusammensetzungen. Diese Zusammensetzungen enthalten natürlich und/oder synthetisch abgeleitete Duftstoffe, die für Textilien substantiv sind. Diese Zusammensetzungen sehen eine bessere Duftstoffabscheidung auf behandelten Textilien vor, minimieren den Duftstoffverlust während der Wäschewaschverfahren und gehen folglich nicht wesentlich während des Spül- und Trocknungszyklus für eine geringere Auswirkung auf die Umwelt verloren. Ferner verbessern diese Duftstoffe die physikalische Stabilität der Weichmacherzusammensetzung.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Die Duftstoffabgabe und Langlebigkeit auf Textilien von Textilweichmacherzusammensetzungen sind besonders wichtige Funktionen dieser Textilweichmacherzusammensetzungen, um einen wohlriechenden ästhetischen Nutzen vorzusehen und als ein Signal zu dienen, dass die Textilien sauber sind. Es werden ständig Anstrengungen für Verbesserungen unternommen. Allgemein geht es bei diesen Verbesserungen um die richtige Wahl von Trägermaterialien zur Verbesserung der Abscheidung des Duftstoffs auf die Textilie, die Regulierung der Rate der Freisetzung des Duftstoffs und die richtige Auswahl der Duftstoffkomponenten. Zum Beispiel sind Träger, wie Mikrokapseln und Cyclodextrin, zum Beispiel in dem US-Patent Nr. 5 112 688, erteilt am 12. Mai 1992 an D. W. Michael, und dem US-Pat. Nr. 5 234 611, erteilt am 10. August 1993 an Trinh, Bacon und Benvegna, offenbart. Diese Verbesserungen sind zwar nützlich, lösen aber nicht alle mit der Duftstoffabgabe und der Langlebigkeit von Textilweichmacherzusammensetzungen verbundenen Probleme.

[0003] In dem Spülzyklus des Wäschewaschverfahrens kann eine beträchtliche Menge an Duftstoff in der Textilweichmacherzusammensetzung verloren gehen, wenn das Spülwasser herausgeschleudert wird (in einer Waschmaschine), oder ausgewrungen wird (während der Handwäsche), selbst wenn der Duftstoff in einem Träger eingekapselt oder eingeschlossen ist.

[0004] Darüber hinaus geht infolge des hohen Energieeinsatzes und der großen Luftströmung in dem in den typischen automatischen Wäschetrocknern angewandten Trocknungsverfahren ein großer Teil der meisten durch Textilweichmacherprodukte vorgesehenen Duftstoffe über den Trocknerauslass verloren. Duftstoff kann selbst dann verloren gehen, wenn die Textilien auf der Leine getrocknet werden. Gleichzeitig mit der Anstrengung zur Verringerung der Auswirkung auf die Umwelt von Textilweichmacherzusammensetzungen ist es durch die Entwicklung biologisch rasch abbaubaren Weichmacherbestandteilen; siehe zum Beispiel die gleichzeitig anhängige US-Patentanmeldungs-Serien-Nr. 08/142 739, eingereicht am 25. Oktober 1993, Wahl et al., und die US-Patentanmeldungs-Serien-Nr. 08/101 130, eingereicht am 2. August 1993, Baker et al., erwünscht, wirksame, beständige Textilweichmacher-Duftstoffzusammensetzungen zu formulieren, die auf Textilien für einen ästhetischen Nutzen verbleiben und nicht verloren gehen oder verschwendet werden, ohne den gewaschenen Kleidungsstücken zu nutzen.

[0005] Die vorliegende Erfindung stellt verbesserte Zusammensetzungen mit einer geringeren Auswirkung auf die Umwelt infolge der Verwendung einer Kombination von biologisch abbaubarem Weichmacher und wirksamen Duftstoffen in dem Spülgang zuzugebenden Textilweichmacherzusammensetzungen bereit, während überraschenderweise auch für eine verbesserte Langlebigkeit von Duftstoffen auf den gewaschenen Kleidungsstücken durch die Verwendung beständiger Duftstoffzusammensetzungen gesorgt wird. Darüber hinaus verbessern die wirksamen Duftstoffe überraschenderweise auch die Viskositätsstabilität der Weichmacherzusammensetzungen im Vergleich zu ähnlichen Zusammensetzungen, die traditionellere Duftstoffe enthalten.

Zusammenfassung der Erfindung

[0006] Die vorliegende Erfindung betrifft dem Spülgang zuzusetzende Textilweichmacherzusammensetzungen, gewählt aus der Gruppe bestehend aus:

I. einer festen, partikulären Zusammensetzung, umfassend:

- (A) von 50% bis 95% einer biologisch abbaubaren, kationischen, vorzugsweise Diester, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung, vorzugsweise von 60% bis 90% der Weichmacherverbindung;
- (B) von 0,01% bis 15% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;
- (C) von 0% bis 30% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels; und
- (D) von 0% bis 10% eines pH-Modifikationsmittels; und

II. einer flüssigen Zusammensetzung, umfassend:

- (A) von 0,5% bis 80% einer biologisch abbaubaren, kationischen, vorzugsweise Diester-, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung, vorzugsweise von 1% bis 35%, und weiter bevorzugt von 4% bis 32% der

biologisch abbaubaren Weichmacherverbindung;

(B) von 0,01% bis 10% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) von 0% bis 30% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel die Viskosität der Zusammensetzung, die Dispergierfähigkeit im Spülzyklus eines Wäschewaschverfahrens oder beides beeinflusst; und

(D) dem Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Wasser, einwertigen C_{1-4} -Alkoholen, mehrwertigen C_{2-6} -Alkoholen, flüssigen Polyalkylenglykolen und Mischungen davon; und wobei der beständige Duftstoff mindestens 70% seiner Komponenten mit einem ClogP $\geq 3,0$ und einem Siedepunkt von $\geq 250^\circ\text{C}$ aufweist.

[0007] Eine besonders bevorzugte flüssige Zusammensetzung umfasst:

(A) von 15% bis 50% einer biologisch abbaubaren, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung,

(B) von 0,05% bis 6% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) von 0% bis 5% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels, gewählt aus der Gruppe bestehend aus:

1. Kationischem, einzel-langkettigem C_{10} - C_{22} -Alkyl-Tensid;

2. nichtionischem Tensid mit mindestens 8 Ethoxyeinheiten; und

3. Mischungen davon;

(D) von 0% bis 1% eines Stabilisators;

(E) von 0,01% bis 2% eines Elektrolyts; und

(F) dem Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Wasser, einwertigen C_1 - C_4 -Alkoholen, mehrwertigen C_2 - C_6 -Alkoholen, flüssigen Polyalkylenglykolen und Mischungen davon.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0008] Die vorliegende Erfindung betrifft dem Spülgang zuzugebende Textilweichmacherzusammensetzungen, gewählt aus der Gruppe bestehend aus:

I. einer festen, partikulären Zusammensetzung, umfassend:

(A) von 50% bis 95% einer biologisch abbaubaren, kationischen, vorzugsweise Diester, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung, vorzugsweise von 60% bis 90% der Weichmacherverbindung;

(B) von 0,01% bis 15% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) von 0% bis 30% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels; und

(D) von 0% bis 10% eines pH-Modifikationsmittels; und

II. einer flüssigen Zusammensetzung, umfassend:

(A) von 0,5% bis 80% einer biologisch abbaubaren, kationischen, vorzugsweise Diester, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung, vorzugsweise von 1% bis 35%, und weiter bevorzugt von 4% bis 32% der biologisch abbaubaren Weichmacherverbindung;

(B) von 0,01% bis 10% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) von 0% bis 30% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel die Viskosität der Zusammensetzung, die Dispergierfähigkeit im Spülzyklus eines Wäschewaschverfahrens oder beides beeinflusst; und

(D) dem Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Wasser, einwertigen C_{1-4} -Alkoholen, mehrwertigen C_{2-6} -Alkoholen, flüssigen Polyalkylenglykolen und Mischungen davon; und wobei der beständige Duftstoff mindestens 70% seiner Komponenten mit einem ClogP $\geq 3,0$ und einem Siedepunkt von $\geq 250^\circ\text{C}$ aufweist.

[0009] Eine besonders bevorzugte flüssige Zusammensetzung umfasst:

(A) von 15% bis 50% einer biologisch abbaubaren, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung,

(B) von 0,05% bis 6% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) von 0% bis 5% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels, gewählt aus der Gruppe bestehend aus:

1. Kationischem, einzel-langkettigem C_{10} - C_{22} -Alkyl-Tensid;

2. nichtionischem Tensid mit mindestens 8 Ethoxyeinheiten;

3. Aminoxid-Tensid; oder

4. Mischungen davon;

(D) von 0% bis 1% eines Stabilisators;

(E) von 0,01% bis 2% eines Elektrolyts; und

(F) dem Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus: Wasser, einwertigen C_1 - C_4 -Alkoholen, mehrwertigen C_2 - C_6 -Alkoholen, flüssigen Polyalkylenglykolen und Mischungen davon.

[0010] Wasser kann den partikulären, festen granulären Zusammensetzungen zur Bildung verdünnter oder konzentrierter flüssiger Weichmacherzusammensetzungen mit einer Konzentration der biologisch abbaubaren

quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung von 0,5% bis 50%, vorzugsweise von 1 bis 35%, weiter bevorzugt von 4% bis 32%, zugesetzt werden. Die flüssigen und granulären, biologisch abbaubaren Textilweichmacherverbindungen können direkt im Spülgang hinzugegeben werden, beide um eine angemessene Gebrauchskonzentration, z. B. von 10 bis 1000 ppm, vorzugsweise von 30 bis 500 ppm, der biologisch abbaubaren, kationischen Textilweichmacherverbindung vorzusehen, oder es kann Wasser der partikulären, festen, granulären Zusammensetzung zugesetzt werden, um verdünnte oder konzentrierte flüssige Weichmacherzusammensetzungen zu bilden, die dem Spülgang zur Vorsehung der gleichen Gebrauchskonzentration zugesetzt werden kann.

(A) Biologisch abbaubare quaternäre Ammonium-Textilweichmacherverbindungen

[0011] Die Verbindungen der vorliegenden Erfindung sind biologisch abbaubare, quaternäre Ammoniumverbindungen vorzugsweise Diesterverbindungen, bei welchen die Fettacylgruppen eine Iodzahl (IV) von größer als etwa 5 bis weniger als etwa 100, ein cis/trans-Isomergewichtsverhältnis von größer als etwa 30/70 besitzen, wenn die IV kleiner als etwa 25 ist, wobei der Grad der Ungesättigtheit weniger als etwa 65 Gew.-% beträgt, wobei die Verbindungen zur Bildung konzentrierter wässriger Zusammensetzungen mit Konzentrationen von höher als etwa 13 Gew.-% bei einer IV von höher als etwa 10 ohne andere Viskositätsmodifikationsmittel als normale polare, organische Lösungsmittel, die in dem Rohmaterial der Verbindung oder dem zugesetzten Elektrolyt vorhanden sind, fähig sind und wobei jegliche Fettacylgruppen von Talg vorzugsweise modifiziert sind, insbesondere zur Verminderung ihres Geruchs.

[0012] Die vorliegende Erfindung betrifft Textilweichmacherzusammensetzungen, umfassend biologisch abbaubare, quaternäre Ammoniumverbindungen, vorzugsweise Diesterverbindungen (DEQA), vorzugsweise der Formel:



worin: jedes Y = -O-(O)C-, oder -C(O)-O-; m = 2 oder 3 ist; jedes n = 1 bis 4 ist; jeder R-Substituent eine kurzkettige C₁-C₆-, vorzugsweise C₁-C₃-Alkylgruppe, z. B. Methyl (am meisten bevorzugt), Ethyl, Propyl und dergleichen, Benzyl, eine C₁-C₆-, vorzugsweise C₁-C₃-Hydroxyalkylgruppe, z. B. 2-Hydroxyethyl, 2-Hydroxypropyl, 3-Hydroxypropyl und dergleichen, oder Mischungen davon ist;

jedes R¹ C₁₁-C₂₂-Hydrocarbyl oder ein substituierter Hydrocarbylsubstituent ist, R¹ vorzugsweise partiell ungesättigt ist (mit einer Iodzahl (IV) von höher als etwa 5 bis weniger als etwa 100), und das Gegenion, X⁻, jegliches geeignete, weichmacherkompatible Anion sein kann, zum Beispiel Chlorid, Bromid, Methylsulfat, Formiat, Sulfat, Nitrat und dergleichen.

[0013] Jeder Verweis auf die IV-Werte bezieht sich im Folgenden auf die Iodzahl von Fettacylgruppen und nicht auf die resultierende Weichmacherverbindung.

[0014] Wenn die IV der Fettacylgruppen oberhalb etwa 20 liegt, sorgt der Weichmacher für eine ausgezeichnete Antistatikwirkung. Antistatikwirkungen sind besonders wichtig, wo die Textilien in einem Taumel- bzw. Trommeltrockner getrocknet werden und/oder wo synthetische Materialien, die Statik erzeugen, verwendet werden. Die maximale Statikregulierung erfolgt bei einer IV von höher als etwa 20, vorzugsweise höher als etwa 40. Wenn vollständig gesättigte Weichmacherverbindungen in den Zusammensetzungen verwendet werden, kommt es zu einer schlechten Statikregulierung. Ferner, wie nachstehend erläutert, nimmt die Konzentrierbarkeit zu, wenn die IV zunimmt. Die Vorteile der Konzentrierbarkeit schließen ein: Verwendung von weniger Verpackungsmaterial; Verwendung von weniger organischen Lösungsmitteln, insbesondere von flüchtigen organischen Lösungsmitteln; Verwendung von weniger Konzentrationshilfsstoffen, die möglicherweise nichts zur Leistung beitragen; etc.

[0015] Wenn die IV erhöht wird, besteht die Möglichkeit von Geruchsproblemen. Überraschenderweise weisen einige überaus wünschenswerte, leicht verfügbare Quellen von Fettsäuren, wie Talg, Gerüche auf die bei den Weichmacherverbindungen verbleiben trotz der chemischen und mechanischen Verarbeitungsschritte, die den Rohtalg zu einem fertigen Wirkstoff umwandeln. Solche Quellen müssen desodoriert werden, z. B. durch Absorption, Destillation (einschließlich Strippen wie Dampfstripfen), etc., wie im Fachbereich allgemein bekannt ist. Ferner muss darauf geachtet werden, den Kontakt der erhaltenen Fettacylgruppen zu Sauerstoff und/oder Bakterien durch Zusetzen von Antioxidantien, antibakteriellen Mitteln etc. zu minimieren. Die zusätzlichen Unkosten und Aufwendungen in Verbindung mit den ungesättigten Fettacylgruppen ist durch die überlegene Konzentrierbarkeit und/oder Leistung gerechtfertigt, die bisher nicht erkannt wurde. Zum Beispiel kann DEQA, das ungesättigte Fettacylgruppen mit einer IV von höher als etwa 10 enthält, auf über etwa 13% konzentriert werden, ohne den Bedarf an zusätzlichen Konzentrationshilfsstoffen, insbesondere von Tensid-Konzentrationshilfsstoffen, wie im Folgenden erläutert.

[0016] Die oben stehenden Weichmacherwirkstoffe, die von hoch ungesättigten Fettacylgruppen, d. h. Fettacylgruppen mit einer gesamten Ungesättigtheit von über etwa 65 Gew.-%, abgeleitet sind, sehen keine wei-

tere Verbesserung der Antistatik-Wirksamkeit vor. Diese sind aber möglicherweise in der Lage, andere Vorteile, wie ein verbessertes Wasserabsorptionsvermögen der Textilien, vorzusehen. Im Allgemeinen ist ein IV-Bereich von etwa 40 bis etwa 65 für die Konzentrierbarkeit, die Maximierung von Fettacylquellen, eine ausgezeichnete Weichheit, die Statikregulierung etc. bevorzugt.

[0017] Hoch konzentrierte, wässrige Dispersionen dieser Weichmacherverbindungen können gelieren und/oder verdicken während einer Aufbewahrung bei niedrigen (40°F) Temperaturen. Weichmacherverbindungen, die lediglich aus ungesättigten Fettsäuren erzeugt werden, minimieren das Problem, bewirken aber eher die Bildung schlechter Gerüche. Überraschenderweise sind Zusammensetzungen von diesen Weichmacherverbindungen, die aus Fettsäuren mit einer IV von etwa 5 bis etwa 25, vorzugsweise von etwa 10 bis etwa 25, weiter bevorzugt von etwa 15 bis etwa 20 und mit einem cis/trans-Isomergewichtsverhältnis von höher als etwa 30/70, vorzugsweise von höher als etwa 50/50, noch stärker bevorzugt von höher als etwa 70/30 hergestellt sind, lagerstabil bei niedriger Temperatur bei einer minimalen Geruchsbildung. Diese cis/trans-Isomergewichtsverhältnisse sehen eine optimale Konzentrierbarkeit bei diesen IV-Bereichen vor. Im IV-Bereich von oberhalb etwa 25 ist das Verhältnis der cis- zu den trans-Isomeren weniger bedeutend, es sein denn, es werden höhere Konzentrationen benötigt. Die Beziehung zwischen der IV und der Konzentrierbarkeit ist im Folgenden beschrieben. Für jede IV hängt die Konzentration, die in einer wässrigen Zusammensetzung stabil ist, von den Kriterien für die Stabilität (z. B. stabil bis hinab zu etwa 5°C; stabil bis hinab zu 0°C; geliert nicht; geliert, regeneriert aber nach Erwärmung etc.) und den anderen vorliegenden Bestandteilen ab, doch kann die Konzentration, die stabil ist, durch Hinzufügen der Konzentrierungshilfsstoffe, die im Folgenden ausführlicher beschrieben sind, erhöht werden, um die gewünschte Stabilität zu erreichen.

[0018] Allgemein führt die Hydrierung von Fettsäuren zur Verringerung der Mehrfach-Ungesättigtheit und zur Senkung der IV zur Sicherung einer guten Farbe und zur Verbesserung des Geruchs und der Geruchsstabilität zu einer hohen Grad der trans-Konfiguration in dem Molekül. Deshalb können von Fettacylgruppen mit niedrigen IV-Werten abgeleitete Diesterverbindungen durch Mischen vollständig hydrierter Fettsäure mit unter Kontakt hydrierter Fettsäure in einem Verhältnis, das eine IV von etwa 5 bis etwa 25 vorsieht, erzeugt werden. Der Gehalt an Mehrfach-Ungesättigtheit der unter Kontakt gehärteten Fettsäure sollte weniger als etwa 5%, vorzugsweise weniger als etwa 1% betragen. Während des Kontakthärtens werden die cis/trans-Isomergewichtsverhältnisse durch im Fachbereich bekannte Verfahren, wie ein optimales Mischen, unter Verwendung spezifischer Katalysatoren, reguliert, unter Vorsehung einer hohen H₂-Verfügbarkeit etc. Durch Kontakt gehärtete Fettsäure mit hohen cis/trans-Isomergewichtsverhältnissen ist kommerziell verfügbar (nämlich Radiacid 406 von FINA).

[0019] Es wurde ebenfalls herausgefunden, dass für eine gute chemische Stabilität der quaternären Diester-Verbindung bei einer Lagerung im geschmolzenen Zustand der Feuchtigkeitsanteil in dem Rohmaterial reguliert werden muss und vorzugsweise auf weniger als etwa 1% und stärker bevorzugt weniger als etwa 0,5% Wasser minimiert werden muss. Die Aufbewahrungstemperaturen sollten so niedrig wie möglich gehalten werden und noch ein flüssiges Material erhalten, Idealerweise im Bereich von etwa 49°C bis etwa 66°C. Die optimale Aufbewahrungstemperatur für die Stabilität und Fluidität hängt von dem spezifischen IV der Fettsäure, die zur Herstellung der Weichmacherverbindung verwendet wird, und dem Anteil/Typ des gewählten Lösungsmittels ab. Es ist wichtig, für eine gute Lagerstabilität im geschmolzenen Zustand zu sorgen, um ein kommerziell praktikables Rohmaterial bereitzustellen, das sich nicht merklich beim normalen Transport/Lagerung/Handhabung des Materials in Herstellungsoperationen verschlechtert.

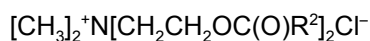
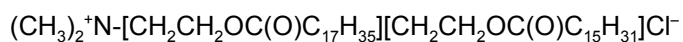
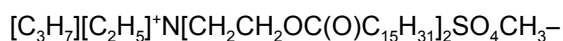
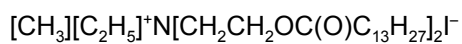
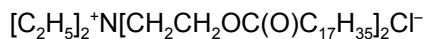
[0020] Es versteht sich, dass die Substituenten R und R¹ wahlweise mit verschiedenen Gruppen, wie Alkoxy- oder Hydroxylgruppen substituiert werden können. Die bevorzugten Verbindungen können für Diestervarianten von Ditalgdimethylammoniumchlorid (DTDMAC) gehalten werden, welches ein weithin verwendeter Textilweichmacher ist. Mindestens 80% der Weichmacherverbindung, d. h. DEQA, liegt vorzugsweise in Diesterform vor, und von 0% bis etwa 20%, vorzugsweise weniger als etwa 10%, weiter bevorzugt weniger als etwa 5%, können Monoester sein, d. h. DEQA-Monoester (z. B. enthaltend nur eine -Y-R¹-Gruppe).

[0021] Wie hierin verwendet, wenn der Diester spezifiziert wird, schließt dieser den Monoester ein, der normalerweise bei der Herstellung vorliegt. Zum Weichmachen sollte unter keinen/geringen Detergens-Mitführ-(Carry-over-)Wäschewaschbedingungen der Prozentanteil an Monoester so niedrig wie möglich sein, vorzugsweise nicht höher als etwa 2,5%. Allerdings ist unter hohen Detergens-Mitführ- bzw. Übertragungsbedingungen etwas Monoester bevorzugt. Die Gesamtverhältnisse von Diester zu Monoester betragen etwa 100 : 1 bis etwa 2 : 1, vorzugsweise etwa 50 : 1 bis etwa 5 : 1, stärker bevorzugt etwa 13 : 1 bis etwa 8 : 1. Unter hohen Detergens-Übertragungsbedingungen beträgt das Di-/Monoesterverhältnis vorzugsweise etwa 11 : 1. Der Anteil an vorhandenem Monoester kann bei der Herstellung der Weichmacherverbindung reguliert werden.

[0022] Die folgenden sind nichteinschränkende Beispiele (in welchen alle langkettigen Alkylsubstituenten geradkettig sind):

Gesättigt

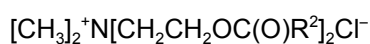
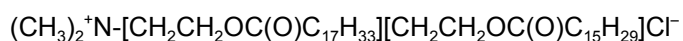
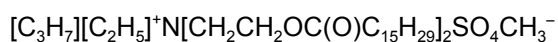
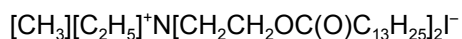
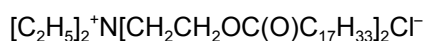
[0023]



worin $-\text{C}(\text{O})\text{R}^2$ abgeleitet ist von gesättigtem Talg.

Ungesättigt

[0024]



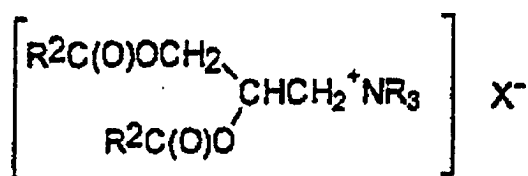
worin $-\text{C}(\text{O})\text{R}^2$ abgeleitet ist von partiell hydriertem Talg oder modifiziertem Talg mit den hierin dargelegten Charakteristika.

[0025] Es ist besonders überraschend, dass eine sorgfältige pH-Regulierung die Produktgeruchsstabilität von Zusammensetzungen unter Verwendung von ungesättigter Weichmacherverbindung merklich verbessern kann.

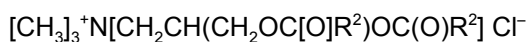
[0026] Da ferner die vorgenannten Verbindungen (Diester) etwas labil gegenüber einer Hydrolyse sind, sollte mit ihnen eher vorsichtig umgegangen werden, wenn sie zur Formulierung der hierin beschriebenen Zusammensetzungen verwendet werden. Zum Beispiel werden stabile flüssige Zusammensetzungen hierin bei einem pH-Wert (rein) im Bereich von etwa 2 bis etwa 5, vorzugsweise von etwa 2 bis etwa 4,5, stärker bevorzugt von etwa 2 bis etwa 4, formuliert. Für die beste Produktgeruchsstabilität, wenn die IV größer als etwa 25 ist, beträgt der reine pH-Wert etwa 2,8 bis etwa 3,5, insbesondere für leicht parfümierte Produkte. Dies scheint für alle der oben stehenden Weichmacherverbindungen zuzutreffen und trifft besonders für das hierin spezifizierte bevorzugte DEQA zu, d. h. mit einer IV von größer als etwa 20, vorzugsweise größer als etwa 40, zu. Die Begrenzung ist von größerer Bedeutung, wenn die IV zunimmt. Der pH-Wert kann durch die Zugabe von Bronsted-Säure eingestellt werden. Die pH-Bereiche für die Herstellung chemisch stabiler Weichmacherverbindungen, welche quaternäre Diester-Ammonium-Textilweichmacherverbindungen enthalten, sind in dem US-Patent Nr. 4 767 547, Straathof et al., erteilt am 30. Aug. 1988, offenbart, welches hierin durch den Bezug mit eingeschlossen ist.

[0027] Beispiele für geeignete Bronsted-Säuren schließen die anorganischen Mineralsäuren, Carbonsäuren, insbesondere die niedermolekulargewichtigen (C_1 - C_5 -) Carbonsäuren und Alkylsulfonsäuren ein. Geeignete anorganische Säuren schließen HCl , H_2SO_4 , HNO_3 und HP_3O_4 ein. Geeignete organische Säuren schließen Ameisensäure, Essigsäure, Methylsulfon- und Ethylsulfonsäure ein. Bevorzugte Säuren sind Chlorwasserstoff-, Phosphor- und Citronensäure.

[0028] Die quaternäre Diester-Ammonium-Textilweichmacherverbindung (DEQA) kann auch die allgemeine Formel:



besitzen, worin R , R^2 und das Gegenion X^- die gleichen Bedeutungen wie zuvor haben. Solche Verbindungen schließen jene der Formel:



ein worin $OC(O)R^2$ abgeleitet ist von gehärtetem Talg.

[0029] Vorzugsweise ist jedes R eine Methyl- oder Ethylgruppe, und vorzugsweise ist jedes R^2 im Bereich von C_{15} bis C_{19} . Die Grade der Verzweigung, Substitution und/oder der Ungesättigtheit können in den Alkylketten vorliegen. Das Anion X^- in dem Molekül ist vorzugsweise das Anion einer starken Säure und kann beispielsweise Chlorid, Bromid, Iodid, Sulfat und Methylsulfat sein; das Anion kann eine Doppelladung tragen, in welchem Fall X^- für eine halbe Gruppe steht. Diese Verbindungen sind im Allgemeinen schwer als stabile, konzentrierte, flüssige Zusammensetzungen zu formulieren.

[0030] Diese Arten von Verbindungen und allgemeinen Verfahren für deren Herstellung sind in dem US-Pat. Nr. 4 137 180, Naik et al., erteilt am 30. Jan. 1979, das durch den Bezug hierin eingeschlossen ist, offenbart.

[0031] Flüssige Zusammensetzungen dieser Erfindung enthalten typischerweise etwa 0,5% bis etwa 80%, vorzugsweise etwa 1% bis etwa 35%, stärker bevorzugt von etwa 4% bis etwa 32% an biologisch abbaubaren quaternärem Diester-Ammonium-Weichmacherwirkstoff. Konzentrierte Zusammensetzungen sind in der zugelassenen US-Pat. Anmeldungs-Ser.-Nr. 08/169 858, eingereicht am 17. Dez. 1993, Swartley et al., offenbart, wobei die Anmeldung hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

[0032] Partikuläre, feste granuläre Zusammensetzungen dieser Erfindung enthalten typischerweise etwa 50% bis etwa 95%, vorzugsweise etwa 60% bis etwa 90% an biologisch abbaubarem quaternärem Diester-Ammonium-Weichmacherwirkstoff.

(B) Duftstoffe

[0033] Textilweichmacherzusammensetzungen in dem Fachbereich enthalten üblicherweise Duftstoffe zur Vorsehung eines guten Geruchs bei Textilien. Diese herkömmlichen Duftstoffzusammensetzungen werden normalerweise hauptsächlich wegen ihrer Geruchsqualität, bei einer gewissen Berücksichtigung der Textilsubstantivität, ausgewählt. Typische Duftstoffverbindungen und -kombinationen sind im Fachbereich zu finden, darin eingeschlossen die US-Pat. Nr. 4 145 184, Brain und Cummins, erteilt am 20. März 1979; 4 209 417; Whyte, erteilt am 24. Juni 1980; 4 515 705, Moeddel, erteilt am 7. Mai 1985; und 4 152 272, Young, erteilt am

1. Mai 1979, wobei alle der genannten Patente hierin durch den Bezug eingeschlossen sind.

[0034] Während des Wäschewaschvorgangs geht eine beträchtliche Menge an Duftstoff in der dem Spülgang zuzugebenden Textilweichmacherzusammensetzung mit dem Spülwasser und dem nachfolgenden Trocknen (entweder Trocknen auf der Leine oder Maschinentrocknung) verloren. Dies führte sowohl zu einer Verschwendung von nichtbrauchbaren Duftstoffen, die nicht auf gewaschenen Textilien abgeschieden werden, als auch zu einem Beitrag zur allgemeinen Luftverschmutzung durch die Freisetzung von flüchtigen organischen Verbindungen an die Luft.

[0035] Fachleute auf dem Gebiet besitzen in der Regel aus der Erfahrung heraus eine gewisse Kenntnis über einige spezielle Duftstoffbestandteile, die "textil-substantiv" sind. Textil-substantive Duftstoffbestandteile sind jene wohlriechenden Verbindungen, welche sich wirksam auf Textilien in dem Wäschewaschvorgang abscheiden und auf den gewaschenen Textilien von Leuten mit normaler Geruchsschärfe festzustellen sind. Die Kenntnis darüber, welche Parfümbestandteile substantiv sind, ist lückenhaft und unvollständig.

[0036] Wir fanden jetzt eine Klasse von beständigen Duftstoffbestandteilen, die zu Textilweichmacherzusammensetzungen formuliert werden können und die auf Textilien während der gesamten Spül- und Trocknungsschritte im Wesentlichen abgeschieden werden und auf diesen verbleiben. Diese Duftstoffbestandteile, wenn sie in Verbindung mit den rasch biologisch abbaubaren Textilweichmacherbestandteilen verwendet werden, repräsentieren die umweltfreundlichsten Textilweichmacherzusammensetzungen, mit einem minimalen Materialverlust, die für ein gutes Textilanfühlen und einen guten Geruch sorgen, was die Verbraucher schätzen. Weiterhin stellen diese beständigen Duftstoffbestandteile überraschenderweise stabilere flüssige Zusammensetzungen bereit, insbesondere wenn die Konzentration des biologisch abbaubaren, quaternären Ammonium-Weichmachers mehr als etwa 10% beträgt.

[0037] Diese beständigen Duftstoffbestandteile sind durch ihre Siedepunkte (B.P.) und ihren Octanol/-Wasser-Verteilungskoeffizient (P) charakterisiert. Der Octanol/Wasser-Verteilungskoeffizient eines Duftstoffbestandteils ist das Verhältnis zwischen seiner Gleichgewichtskonzentration in Octanol und in Wasser. Die Duftstoffbestandteile dieser Erfindung besitzen einen B.P., gemessen bei dem normalen Standarddruck, von etwa 250°C oder höher, z. B. höher als etwa 260°C; und einen Octanol/Wasser-Verteilungskoeffizienten P von etwa 1000 oder höher. Da die Verteilungskoeffizienten der Duftstoffbestandteile dieser Erfindung hohe Werte haben, sind sie zweckmäßiger in der Form ihres Logarithmus zur Basis 10, logP, angegeben. Somit haben die Duftstoffbestandteile dieser Erfindung einen logP von etwa 3 oder höher, z. B. von höher als etwa 3,1, vorzugsweise höher als etwa 3,2.

[0038] Über den logP zahlreicher Duftstoffbestandteile wurde berichtet; zum Beispiel enthält die Pomona92-Datenbank, verfügbar von Daylight Chemical Information Systems, Inc., (Daylight CIS), Irvine, Kalifornien, zahlreiche davon, zusammen mit Zitaten zur Originalliteratur. Jedoch werden die logP-Werte am zweckmäßigsten durch das "CLOGP"-Programm, das auch von Daylight CIS verfügbar ist, berechnet. Dieses Programm führt auch die experimentellen logP-Werte auf, wenn sie in der Pomona92-Datenbank verfügbar sind. Der "errechnete logP" (ClogP) wird durch die Fragmentannäherung nach Harsch und Leo (siehe A. Leo, in Comprehensive Medicinal Chemistry, Bd. 4, C. Harsch, P. G. Sammens, J. B. Taylor und C. A. Ransden, Hrsg., S. 295, Pergamon Press, 1990, hierin durch den Bezug eingeschlossen). Die Fragmentannäherung basiert auf der chemischen Struktur jedes der Duftstoffbestandteile und berücksichtigt die Zahlen und Typen von Atomen, die Atombindungsfähigkeit und die chemische Bindung. Die ClogP-Werte, welches die zuverlässigsten und am verbreitetsten verwendeten Schätzwerte für diese physikochemische Eigenschaft sind, werden vorzugsweise an Stelle der experimentellen logP-Werte bei der Auswahl der Duftstoffbestandteile verwendet, die in der vorliegenden Erfindung nützlich sind.

[0039] Die Siedepunkte zahlreicher Duftstoffbestandteile sind z. B. in "Perfume and Flavor Chemicals (Aroma Chemicals)", S. Arctander, veröffentlicht durch den Autor 1969, angegeben, hierin durch den Bezug mit eingeschlossen. Andere Siedepunktwerte können von verschiedenen Chemiehandbüchern und Datenbanken, wie dem Beilstein-Handbuch, Lange's Handbook of Chemistry, und dem CRC Handbook of Chemistry and Physics erhalten werden. Wenn ein Siedepunkt nur bei einem unterschiedlichen Druck angegeben ist, in der Regel einem niedrigeren Druck als dem Normaldruck von 760 mm Hg, kann der Siedepunkt bei Normaldruck ungefähr mit Hilfe der Siedepunkt-Druck-Nomographen, wie die in "The Chemist's Companion", A. J. Gordon und R. A. Ford, John Wiley & Sons Publishers, 1972, SS. 30–36, angegebenen, geschätzt werden. Wo anwendbar, können die Siedepunktwerte auch durch Computerprogramme errechnet werden, basierend auf den Molekülstrukturdaten, wie jenen, die beschrieben sind in "Computer-assisted Prediction of Normal Boiling Points of Pyrans and Pynoles", D. T. Starton et al., J. Chem. Inf. Comput. Sci., 32 (1992), SS. 306–316, "Computer-assisted Prediction of Normal Boiling Points of Furans, Tetrahydrofurans, and Thiophenes" (Computergestützte Vorhersage der normalen Siedepunkte von Furanen, Tetrahydrofuranen und Thiophenen), D. T. Starton et al., J. Chem. Inf. Comput. Sci., 31 (1992), SS. 301–310, und den darin zitierten Referenzen, und "Predicting Physical Properties from Molecular Structure", R. Murugan et al., Chemtech. Juni 1994, SS. 17–23. Alle oben genannten Veröffentlichungen sind durch den Bezug eingeschlossen.

[0040] Wenn somit eine Duftstoffzusammensetzung, die in erster Linie aus Bestandteilen mit einem B.P. bei

etwa 250°C oder höher und einem ClogP von etwa 3 oder höher aufgebaut ist, in einer Weichmacherzusammensetzung verwendet wird, wird der Duftstoff sehr wirksam auf Textilien abgeschieden und bleibt substantiv auf Textilien nach den Spül- und Trocknungsschritten (Wäscheleinen- oder maschineller Trocknung).

Tabelle 1
Beispiele für beständige Duftstoffbestandteile

<u>Duftstoffbestandteile</u>	Ungefähr <u>B.P. (°C) (a)</u>	<u>ClogP</u>
BP > 250°C und ClogP > 3,0		
Allylcyclohexanpropionat	267	3,935
Ambrettolid	300	6,261

Amylbenzoat	262	3,417
Amylcinnamat	310	3,771
Amylzimtaldehyd	285	4,324
Amylzimtaldehyddimethylacetal	300	4,033
iso-Amylsalicylat	277	4,601
Aurantiol	450	4,216
Benzophenon	306	3,120
Benzylsalicylat	300	4,383
para-tert-Butylcyclohexylacetat	+250	4,019
iso-Butylchinolin	252	4,193
beta-Caryophyllen	256	6,333
Cadinen	275	7,346
Cedrol	291	4,530
Cedrylacetat	303	5,436
Cedrylformiat	+250	5,070
Cinnamylcinnamat	370	5,480
Cyclohexylsalicylat	304	5,265
Cyclamenaldehyd	270	3,680
Dihydroisojasmonat	+300	3,009
Diphenylmethan	262	4,059
Diphenyloxid	252	4,240
Dodecalacton	258	4,359
iso E super	+250	3,455
Ethylenbrassylat	332	4,554
Ethylmethylphenylglycidat	260	3,165
Ethylundecylenat	264	4,888
Exaltolid	280	5,346
Galaxolid	+250	5,482
Geranylanthranilat	312	4,216
Geranylphenylacetat	+250	5,233
Hexadecanolid	294	6,805
Hexenylsalicylat	271	4,716
Hexylzimtaldehyd	305	5,473
Hexylsalicylat	290	5,260
alpha-Iron	250	3,820
Lilial (p-t-bucinal)	258	3,858
Linalylbenzoat	263	5,233
2-Methoxynaphthalin	274	3,235
Methyldihydrojasmon	+300	4,843
gamma-n-Methylionon	252	4,309

Moschus-Indanon	+250	5,458
Moschus-Keton	MP = 137°C	3,014
Moschus-Tibetin	MP = 136°C	3,831
Myristicin	276	3,200
Oxahexadecanolid-10	+300	4,336
Oxahexadecanolid-11	MP = 35°C	4,336
Patchoulialkohol	285	4,530
Phantolid	288	5,977
Phenylethylbenzoat	300	4,058
Phenylethylphenylacetat	325	3,767
Phenylheptanol	261	3,478
Phenylhexanol	258	3,299
alpha-Santalol	301	3,800
Thibetolid	280	6,246
delta-Undecalacton	290	3,830
gamma-Undecalacton	297	4,140
Vetiverylacetat	285	4,882
Yara-yara	274	3,235
Ylangen	250	6,268

(a) M.P. ist der Schmelzpunkt; diese Bestandteile haben einen B.P. von höher als 250°C.

[0041] Die Tabelle 1 gibt einige nichteinschränkende Beispiele für beständige Duftstoffbestandteile, die in Weichmacherzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung nützlich sind. Die beständigen Duftstoffzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung enthalten vorzugsweise mindestens etwa 3 unterschiedliche beständige Duftstoffbestandteile, stärker bevorzugt mindestens etwa 4 unterschiedliche beständige Duftstoffbestandteile, und noch weiter bevorzugt mindestens etwa 5 unterschiedliche beständige Duftstoffbestandteile. Darüber hinaus enthalten die beständigen Duftstoffzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung mindestens etwa 70 Gew.-% an beständigen Duftstoffbestandteilen, vorzugsweise mindestens etwa 75 Gew.-% an beständigen Duftstoffbestandteilen, stärker bevorzugt mindestens etwa 85 Gew.-% an beständigen Duftstoffbestandteilen. Textilweichmacherzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung enthalten etwa 0,01% bis etwa 15%, vorzugsweise etwa 0,05% bis etwa 8%, stärker bevorzugt etwa 0,1% bis etwa 6%, und noch stärker bevorzugt etwa 0,15% bis etwa 4% an beständiger Duftstoffzusammensetzung.

[0042] Im Duftstofffachbereich werden einige Materialien ohne Geruch oder mit sehr schwachem Geruch als Verdünnungsmittel oder Streckmittel verwendet. Nichteinschränkende Beispiele dieser Materialien sind Dipropylenglykol, Diethylphthalat, Triethylcitrat, Isopropylmyristat und Benzylbenzoat. Diese Materialien werden z. B. zum Verdünnen und Stabilisieren einiger anderer Duftstoffbestandteile verwendet. Diese Materialien werden in der Formulierung der beständigen Duftstoffzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung nicht gezählt.

Tabelle 2
Beispiele für nicht beständige Duftstoffbestandteile

<u>Duftstoffbestandteile</u>	<u>Ungefähr B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>
BP < 250°C und ClogP < 3,0		
Benzaldehyd	179	1,480
Benzylacetat	215	1,960
laevo-Carvon	231	2,083
Geraniol	230	2,649
Hydroxycitronellal	241	1,541
cis-Jasmon	248	2,712
Linalool	198	2,429
Nerol	227	2,649
Phenylethylalkohol	220	1,183
alpha-Terpineol	219	2,569

BP > 250°C und ClogP < 3,0

Coumarin	291	1,412
Eugenol	253	2,307
iso-Eugenol	266	2,547
Indol	254 abgebaut	2,142
Methylcinnamat	263	2,620
Methyldihydrojasmonat	+300	2,275
Methyl-N-methylantranilat	256	2,791
beta-Methylnaphthylketon	300	2,275
delta-Nonalacton	280	2,760
Vanilin	285	1,580

BP < 250°C und ClogP > 3,0

iso-Bornylacetat	227	3,485
Carvacrol	238	3,401
alpha-Citronellol	225	3,193
para-Cymol	179	4,068
Dihydromyrcenol	208	3,030
Geranylacetat	245	3,715

d-Limonen	177	4,232
Linalylacetat	220	3,500
Vertenex	232	4,060

[0043] Nicht beständige Duftstoffbestandteile, die vorzugsweise in Weichmacherzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung minimiert werden, sind solche mit einem B.P. von niedriger als etwa 250°C oder mit einem ClogP von weniger als etwa 3,0 oder mit sowohl einem B.P. von weniger als etwa 250°C und einem ClogP von weniger als etwa 3,0. Die Tabelle 2 gibt einige nichteinschränkende Beispiele von nicht beständigen Duftstoffbestandteilen ein. In einigen speziellen Textilweichmacherzusammensetzungen können einige nicht beständige Duftstoffbestandteile in kleinen Mengen verwendet werden, z. B. zur Verbesserung des Produktgeruchs. Um jedoch die Verschwendung und die Verschmutzung zu minimieren, enthalten die beständigen Duftstoffzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung weniger als etwa 30 Gew.-% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen, vorzugsweise weniger als etwa 25 Gew.-% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen, stärker bevorzugt weniger als etwa 20 Gew.-% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen, und noch stärker bevorzugt weniger als etwa 15 Gew.-% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen.

(C) Optionale Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel

[0044] Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel können zum Zweck der Erleichterung der Solubilisierung und/oder Dispersion der festen Zusammensetzungen, der Konzentrierung der flüssigen Zusammensetzungen und/oder zur Verbesserung der Phasenstabilität (z. B. Viskositätsstabilität) der hierin beschriebenen flüssigen Zusammensetzungen zugesetzt werden, darin eingeschlossen die durch Zusetzen der festen Zusammensetzungen zu Wasser gebildeten flüssigen Zusammensetzungen.

(1) Kationisches einzel-langkettiges Alkyl-Tensid

[0045] Die kationischen einzel-langkettigen Alkyl-(wasserlöslichen-)Tenside:

- (a) in partikulären, granulären festen Zusammensetzungen liegen in einem Anteil von 0% bis etwa 30 %, vorzugsweise von etwa 3% bis etwa 15%, noch stärker bevorzugt von etwa 5% bis etwa 15%, und
- (b) in flüssigen Zusammensetzungen in einem Anteil von 0% bis etwa 30%, vorzugsweise von etwa 0,5% bis etwa 10% vor, wobei das gesamte vorliegende kationische, einzel-langkettige Tensid mindestens mit einem wirksamen Anteil vorliegt.

[0046] Solche in der vorliegenden Erfindung nützlichen kationischen einzel-langkettigen Alkyl-Tenside sind vorzugsweise quaternäre Ammoniumsalze der allgemeinen Formel:



worin die R²-Gruppe eine C₁₀-C₂₂-Kohlenwasserstoffgruppe, vorzugsweise C₁₂-C₁₈-Alkylgruppe oder die korrespondierende Esterbindung ist, unterbrochen von einer kurzen Alkyl-(C₁-C₄-)gruppe zwischen der Esterbindung und dem N und eine ähnliche Kohlenwasserstoffgruppe aufweist, z. B. einen Fettsäureester von Cholin, vorzugsweise C₁₂-C₁₄-(Coco-)cholinester und/oder C₁₆-C₁₈-Talgcholinester; jedes R ein C₁-C₄-Alkyl oder substituiertes (z. B. Hydroxy-)Alkyl oder Wasserstoff, vorzugsweise Methyl, ist und das Gegenion X⁻ ein weichmacherkompatibles Anion, zum Beispiel Chlorid, Bromid, Methylsulfat etc., ist.

[0047] Die oben genannten Bereiche stehen für die Menge des kationischen, einzel-langkettigen Alkyl-Tensids, das vorzugsweise der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung zugesetzt wird. Die Bereiche schließen nicht die Menge an Monoester ein, die bereits in der Komponente (A), der quaternären Diester-Ammoniumverbindung, vorhanden ist, wobei die Gesamtheit davon mindestens ein wirksamer Anteil ist.

[0048] Die langkettige Gruppe R² des kationischen, einzel-langkettigen Alkyl-Tensids enthält typischerweise eine Alkyl- oder Alkylengruppe mit etwa 10 bis etwa 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise etwa 12 bis etwa 16 Kohlenstoffatomen für feste Zusammensetzungen, und vorzugsweise mit etwa 12 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen für flüssige Zusammensetzungen. Diese R²-Gruppe kann an das kationische Stickstoffatom gebunden sein über eine Gruppe, die eine oder mehrere Ester-, Amid-, Ether-, Amin- etc., vorzugsweise Esterbindungsgruppen enthält, die für eine erhöhte Hydrophilie, Bioabbaubarkeit etc. erwünscht sein kann. Solche Bindungsgruppen liegen vorzugsweise innerhalb etwa drei Kohlenstoffatomen des Stickstoffatoms. Geeignete biologisch abbaubare einzel-langkettige kationische Alkyl-Tenside, die eine Esterbindung in der langen Kette enthalten, sind in dem US-Pat. Nr. 4 840 738, Hardy und Walley, erteilt am 20. Juni 1989, beschrieben, und das besagte Patent ist durch den Bezug hierin eingeschlossen.

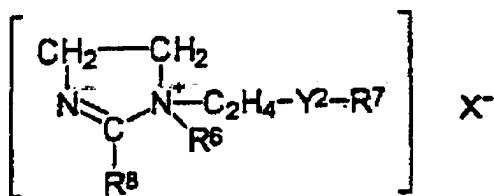
[0049] Wenn die korrespondierenden nicht-quaternären Amine verwendet werden, wird jede Säure (vorzugs-

weise eine Mineral- oder Polycarbonsäure), die zugesetzt wird, um die Estergruppen stabil zu halten, auch das Amin in den Zusammensetzungen protoniert halten, und vorzugsweise während des Spulens, so dass das Amin eine kationische Gruppe aufweist. Die Zusammensetzung wird gepuffert (pH-Wert von etwa 2 bis etwa 5, vorzugsweise von etwa 2 bis etwa 4), um eine angemessene wirksame Ladungsdichte in dem wässrigen flüssigen Konzentratprodukt aufrechterhalten und nach einer weiteren Verdünnung, z. B. zur Bildung eines weniger konzentrierten Produkts und/oder nach der Zusetzung in den Spülgang eines Wäschewaschverfahrens.

[0050] Es versteht sich, dass die Hauptfunktion des wasserlöslichen, kationischen Tensids die Verringerung der Viskosität der Zusammensetzung und/oder die Erhöhung der Dispergierfähigkeit der Diester-Weichmacherverbindung ist und es daher nicht von wesentlicher Bedeutung ist, dass das kationische Tensid selbst wesentliche weichmachende Eigenschaften aufweist, obwohl dies der Fall sein kann. Außerdem können Tenside mit nur einer einzel-langkettigen Alkylkette, vermutlich weil sie eine höhere Löslichkeit in Wasser besitzen, den Diester-Weichmacher vor einer Wechselwirkung mit anionischen Tensiden und/oder Reinigungsbauern schützen, die im Spülgang mitgeführt bzw. in diesen übertragen werden.

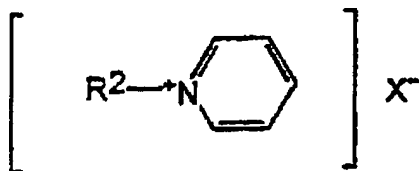
[0051] Andere kationische Materialien mit Ringstrukturen, wie Alkylimidazolin, Imidazolinium, Pyridin und Pyridiniumsalze mit einzelnen C₁₂-C₃₀-Alkylketten können ebenfalls verwendet werden. Ein sehr niedriger pH-Wert ist erforderlich, um z. B. die Imidazolin-Ringstrukturen zu stabilisieren.

[0052] Einige in der vorliegenden Erfindung nützliche Alkylimidazoliniumsalze besitzen die allgemeine Formel:



worin Y² -C(O)-O-, -O-(O)-C-, -C(O)-N(R⁵) oder -N(R⁵)-C(O)- ist, worin R⁵ Wasserstoff oder ein C₁-C₄-Alkylrest ist; R⁶ ein C₁-C₄-Alkylrest ist; R⁷ und R⁸ jeweils unabhängig gewählt sind aus R und R², wie hierin zuvor für das einzel-langkettige kationische Tensid definiert, wobei nur eines R² ist.

[0053] Einige in der vorliegenden Erfindung nützliche Alkylpyridiniumsalze besitzen die allgemeine Formel:



worin R² und X⁻ wie oben stehend definiert sind. Ein typisches Material dieses Typs ist Cetylpyridiniumchlorid.

[0054] Aminoxide können ebenfalls verwendet werden. Geeignete Aminoxide schließen jene mit einer Alkyl- oder Hydroxyalkyleinheit von etwa 8 bis etwa 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise von etwa 10 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen, stärker bevorzugt von etwa 12 bis etwa 14 Kohlenstoffatomen, und zwei Alkyleinheiten, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Alkylgruppen und Hydroxyalkylgruppen mit einem bis etwa drei Kohlenstoffatomen, ein.

[0055] Beispiele für Aminoxide schließen ein: Dimethyloctylaminoxid; Diethyldecylaminoxid; Dimethyldodecylaminoxid; Dipropyldodecylaminoxid; Dimethyl-2-hydroxyoctadecylaminoxid; Dimethylkokosnussalkylaminoxid; und Bis(2-hydroxyethyl)dodecylaminoxid.

(2) Nichtionisches Tensid (alkoxylierte Materialien)

[0056] Geeignete nichtionische Tenside, die als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel dienen, schließen Additionsprodukte von Ethylenoxid und wahlweise Propylenoxid mit Fettalkoholen, Fettsäuren, Fettaminen etc. ein. Diese werden hierin als ethoxylierte Fettalkohole, ethoxylierte Fettsäuren und ethoxylierte Fettamine bezeichnet.

[0057] Es können jegliche der alkoxylierten Materialien des im Folgenden beschriebenen spezifischen Typs als nichtionisches Tensid verwendet werden. Allgemein ausgedrückt, die hierin beschriebenen nichtionischen Substanzen, wenn sie allein in festen Zusammensetzungen verwendet werden, liegen in einem Anteil von etwa 5% bis 20%, vorzugsweise von etwa 8% bis etwa 15%, und in flüssigen Zusammensetzungen in einem Anteil von 0% bis etwa 5%, vorzugsweise von etwa 0,1% bis etwa 5%, stärker bevorzugt von etwa 0,2% bis etwa 3%, vor. Geeignete Verbindungen sind im Wesentlichen wasserlösliche Tenside der allgemeinen Formel:



worin R^2 sowohl für feste als auch für flüssige Zusammensetzungen gewählt ist aus der Gruppe bestehend aus primären, sekundären und verzweigt-kettigen Alkyl- und/oder Acylhydrocarbylgruppen; primären, sekundären und verzweigt-kettigen Alkenylhydrocarbylgruppen; und aus primären, sekundären und verzweigt-kettigen Alkyl- und Alkenyl-substituierten phenolischen Hydrocarbylgruppen; wobei die Hydrocarbylgruppen eine Hydrocarbylkettlänge von etwa 8 bis etwa 20, vorzugsweise von etwa 10 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen besitzen. Weiter bevorzugt beträgt die Hydrocarbylkettlänge für flüssige Zusammensetzungen etwa 16 bis etwa 18 Kohlenstoffatome und für feste Zusammensetzungen etwa 10 bis etwa 14 Kohlenstoffatome. In der allgemeinen Formel für die ethoxylierten nichtionischen Tenside hierin ist Y typischerweise -O-, -C(O)O-, -C(O)N(R)- oder C(O)N(R)R-, vorzugsweise -O-, und worin R^2 und R, sofern vorliegend, die hierin zuvor angegebenen Bedeutungen haben und/oder R Wasserstoff sein kann und z mindestens etwa 8, vorzugsweise mindestens etwa 10–11 ist. Die Leistung und in der Regel die Stabilität der Weichmacherzusammensetzung nehmen ab, wenn weniger Ethoxylatgruppen vorhanden sind.

[0058] Die hierin beschriebenen nichtionischen Tenside sind durch ein HLB (Hydrophile-Lipophile-Gleichgewicht) von etwa 7 bis etwa 20, vorzugsweise von etwa 8 bis etwa 15, charakterisiert. Selbstverständlich ist durch die Definition von R^2 und die Anzahl der Ethoxylatgruppen das HLB des Tensids im Allgemeinen festgelegt. Jedoch ist darauf hinzuweisen, dass die hierin nützlichen nichtionischen, ethoxylierten Tenside für konzentrierte flüssige Zusammensetzungen relativ langkettige R^2 -Gruppen enthalten und relativ hoch ethoxyliert sind. Während Tenside mit kürzeren Alkylketten mit kurzen ethoxylierten Gruppen das erforderliche HLB aufweisen können, sind sie hierin nicht so wirksam.

[0059] Nichtionische Tenside als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel sind gegenüber den anderen hierin offenbarten Modifikationsmitteln für Zusammensetzungen mit höheren Anteilen an Duftstoff bevorzugt.

[0060] Beispiele für nichtionische Tenside folgen. Die nichtionischen Tenside dieser Erfindung sind nicht auf diese Beispiele beschränkt. In den Beispielen definiert die ganze Zahl die Zahl der Ethoxy(EO-)Gruppen in dem Molekül.

(3) Geradkettige primäre Alkoholalkoxylate

[0061] Die Deca-, Undeca-, Dodeca-, Tetradeca- und Pentadecaethoxylate von n-Hexadecanol und n-Octadecanol mit einem HLB innerhalb des hierin angeführten Bereichs sind nützliche Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel im Kontext dieser Erfindung. Beispielhafte ethoxylierte, primäre Alkohole, die hierin als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der Zusammensetzungen nützlich sind, sind $n-C_{18}EO(10)$; und $n-C_{10}EO(11)$. Die Ethoxylate von gemischten natürlichen oder synthetischen Alkoholen im "Talg"-Kettenlängenbereich sind ebenfalls hierin nützlich. Spezifische Beispiele solcher Materialien schließen Talgalkohol-EO(11), Talgalkohol-EO(18) und Talgalkohol-EO(25) ein.

(4) Geradkettige sekundäre Alkoholethoxylate

[0062] Die Deca-, Undeca-, Dodeca-, Tetradeca-, Pentadeca-, Octadeca- und Nonadecaethoxylate von 3-Hexadecanol und 2-Octadecanol, 4-Eicosanol und 5-Eicosanol mit einem HLB innerhalb des hierin angeführten Bereichs sind nützliche Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel im Kontext dieser Erfindung. Beispielhafte ethoxylierte sekundäre Alkohole, die hierin als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der Zusammensetzungen nützlich sind, sind: $2-C_{16}EO(11)$; $2-C_{20}EO(11)$; und $2-C_{16}EO(14)$.

(5) Alkylphenolalkoxylate

[0063] Wie im Falle der Alkoholalkoxylate sind die Hexa- bis Octadecaethoxylate von alkylierten Phenolen, insbesondere von einwertigen Alkylphenolen, mit einem HLB innerhalb des hierin angeführten Bereichs als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der vorliegenden Zusammensetzungen nützlich. Die Hexa- bis Octadecaethoxylate von p-Tridecylphenol, m-Pentadecylphenol und dergleichen sind hierin nützlich. Beispielhafte ethoxylierte Alkylphenole, die hierin als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der Mischungen nützlich sind, sind: p-Tridecylphenol (EO(11)) und p-Pentadecylphenol EO(18).

[0064] Wie hierin verwendet und wie allgemein im Fachbereich anerkannt, ist eine Phenylengruppe in der nichtionischen Formel das Äquivalent einer Alkylengruppe mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen. Für die vorliegenden Zwecke sollen nichtionische Substanzen, die eine Phenylgruppe enthalten, eine äquivalente Anzahl an Kohlenstoffatomen, berechnet als die Summe der Kohlenstoffatome in der Alkylgruppe plus etwa 3,3 Kohlenstoffatome für jede Phenylengruppe, enthalten.

(6) Olefinische Alkoxylate

[0065] Die Alkenylalkohole, sowohl die primären als auch sekundären, und Alkenylphenole, welche den hierin unmittelbar zuvor beschriebenen entsprechen, können auf ein HLB innerhalb des hierin angeführten Bereichs ethoxyliert werden und als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der vorliegenden Zusammensetzungen verwendet werden.

(7) Verzweigt-kettige Alkoxylate

[0066] Verzweigt-kettige primäre und sekundäre Alkohole, die von dem allgemein bekannten "OXO"-Verfahren verfügbar sind, können ethoxyliert werden und als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel der hierin beschriebenen Zusammensetzungen verwendet werden.

[0067] Die oben stehenden ethoxylierten, nichtionischen Tenside sind in den vorliegenden Zusammensetzungen allein oder in Kombination nützlich und der Ausdruck "nichtionisches Tensid" umfasst gemischte nichtionische, oberflächenaktive Wirkstoffe.

(8) Mischungen

[0068] Der Ausdruck "Mischung" schließt das nichtionische Tensid und das kationische einzel-langkettige Alkyl-Tensid, das der Zusammensetzung zusätzlich zu jeglichem in der DEQA vorliegenden Monoester zuge-setzt wird.

[0069] Mischungen der oben stehenden Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel sind stark erwünscht. Das kationische einzel-langkettige Tensid sieht eine verbesserte Dispergierfähigkeit und Schutz für das primäre DEQA gegenüber anionischen Tensiden und/oder Detergensbuildern vor, die aus der Waschlösung übertragen werden.

[0070] Die Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel liegen für feste Zusammensetzungen in einem Anteil von etwa 3% bis etwa 30%, vorzugsweise von etwa 5% bis etwa 20%, und für flüssige Zusammensetzungen in einem Anteil von etwa 0,1% bis etwa 30%, vorzugsweise von etwa 0,2% bis etwa 20%, bezogen auf das Gewicht der Zusammensetzung, vor.

[0071] Wie hierin zuvor erläutert, ist eine potenzielle Quelle von wasserlöslichem, kationischem Tensidmaterial das DEQA selbst. Als Rohmaterial umfasst das DEQA einen geringen Prozentanteil an Monoester. Monoester kann entweder durch unvollständige Veresterung oder durch Hydrolysieren einer geringen Menge an DEQA und anschließendes Extrahieren des Fettsäurenebenprodukts gebildet werden. Allgemein sollte die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung nur geringe Anteile an freiem Fettsäurenebenprodukt oder freien Fettsäuren von anderen Quellen aufweisen und vorzugsweise im Wesentlichen frei von diesen sein, weil es die wirksame Verarbeitung der Zusammensetzung hemmt. Der Anteil an freier Fettsäure in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung ist nicht höher als etwa 5 Gew.-% der Zusammensetzung und vorzugsweise nicht höher als 25 Gew.-% der quaternären Diester-Aminoniumverbindung.

[0072] Di-substituierte Imidazolinester-Weichmacherverbindungen, Imidazolinalkohole und Monotalgrime-thylammoniumchlorid sind hierin zuvor und im Folgenden erläutert.

(D) Flüssiger Träger

[0073] Der in den vorliegenden Zusammensetzungen eingesetzte flüssige Träger ist vorzugsweise Wasser aufgrund seiner geringen Kosten, relativen Verfügbarkeit, Sicherheit und Umweltverträglichkeit. Der Anteil an Wasser in dem flüssigen Träger beträgt mehr als etwa 50 Gew.-%, vorzugsweise mehr als etwa 80 Gew.-%, stärker bevorzugt mehr als etwa 85 Gew.-% des Trägers. Der Anteil an flüssigem Träger ist höher als etwa 50%, vorzugsweise höher als etwa 65%, stärker bevorzugt höher als etwa 70%. Mischungen von Wasser und niedermolekulargewichtigem, z. B. < etwa 100, organischem Lösungsmittel, z. B. Niederalkohol wie Ethanol, Propanol, Isopropanol oder Butanol; Propylencarbonat; und/oder Glykolethern, sind als Trägerflüssigkeit nützlich. Niedermolekulargewichtige Alkohole schließen einwertige, zweiwertige (Glykol etc.), dreiwertige (Glycerol etc.) und mehrwertige (Polyole) Alkohole ein.

(E) Andere optionale Bestandteile

[0074] Zusätzlich zu den oben genannten Komponenten kann die Zusammensetzung einen oder mehrere der folgenden optionalen Bestandteile aufweisen.

1. Stabilisatoren

[0075] Stabilisatoren können in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung vorhanden sein. Der Ausdruck "Stabilisator", wie hierin verwendet, schließt Antioxidantien und Reduktionsmittel ein. Diese Mittel liegen in einem Anteil von 0% bis etwa 2%, vorzugsweise von etwa 0,01% bis etwa 0,2%, stärker bevorzugt von etwa 0,035% bis etwa 0,1% für Antioxidantien, und stärker bevorzugt von etwa 0,01 % bis etwa 0,2% für Reduktionsmittel ein. Diese sichern gute Geruchsstabilität unter Langzeit-Lagerungsbedingungen für die in geschmolzener Form gelagerten Zusammensetzungen und Verbindungen ein. Die Verwendung von Antioxidantien und Stabilisatoren eines Reduktionsmittels ist besonders kritisch für wenig riechende Produkte (wenig Duftstoff).

[0076] Beispiele für Antioxidantien, die den Zusammensetzungen dieser Erfindung zugesetzt werden können, schließen eine Mischung von Ascorbinsäure, Ascorbinsäurepalmitat, Propylgallat, verfügbar von Eastman Chemical Products, Inc., unter dem Handelsnamen Tenox® PG und Tenox S-1; eine Mischung von BHT (butyliertes Hydroxytoluol), BHA (butyliertes Hydroxyanisol), Propylgallat und Citronensäure, verfügbar von Eastman Chemical Products, Inc., unter dem Handelsnamen Tenox-6; butyliertes Hydroxytoluol, verfügbar von UOP Process Division unter dem Handelsnamen Sustane® BHT; tertiäres Butylhydrochinon, Eastman Chemical Products, Inc., als Tenox TBHQ; natürliche Tocopherole, Eastman Chemical Products, Inc., als Tenox GT-1/GT-2; und butyliertes Hydroxyanisol, Eastman Chemical Products, Inc., als BHA; langkettige Ester (C₈-C₂₂) von Gallussäure, z. B. Dodecylgallat; Irganox® 1010; Irganox® 1035; Irganox® B 1171; Irganox® 1425; Irganox® 3114; Irganox® 3125; und Mischungen davon; vorzugsweise Irganox® 3125; Irganox® 1425; Irganox® 3114; und Mischungen davon; weiter bevorzugt Irganox® 3125 allein oder gemischt mit Citronensäure und/oder anderen Komplexbildnern, wie Isopropylcitrat, Dequest® 2010, verfügbar von Monsanto mit dem chemischen Namen 1-Hydroxyethyliden-1,1-diphosphonsäure (Etidronsäure) und Tiron®, verfügbar von Kodak mit dem chemischen Namen 4,5-Dihydroxy-m-benzol-sulfonsäure/natriumsalz, und DTPA®, verfügbar von Aldrich mit dem chemischen Namen Diethylentriaminpentaessigsäure. Die chemischen Namen und CAS-Nummern für einige der oben stehenden Stabilisatoren sind in Tabelle 1 weiter unten aufgeführt.

TABELLE II

Antioxidans	CAS Nr.	In den bundesstaatlichen Vorschriften (Code of Federal Regulations) verwendeter chemischer Name
Irganox® 1010	6683-19-8	Tetrakis[methylen(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamat)]-methan
Irganox® 1035	41484-35-9	Thiodiethylen-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamat
Irganox® 1098	23128-74-7	N,N'-Hexamethylen-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamid
Irganox® B 1171	31570-04-4	
	23128-74-7	1:1-Mischung von Irganox® 1098 und Irgafos® 168
Irganox® 1425	65140-91-2	Calcium-bis[monoethyl(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)phosphonat]
Irganox® 3114	65140-91-2	Calcium-bis[monoethyl(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)phosphonat]
Irganox® 3125	34137-09-2	3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxy-hydrozimtsäure-triester mit 1,3,5-Tris(2-hydroxyethyl)-S-triazin-2,4,6-(1H, 3H, 5H)-trion
Irgafos® 168	31570-04-4	Tris(2,4-di-tert-butyl-phenyl)phosphit

[0077] Beispiele für Reduktionsmittel schließen Natriumborhydrid, Hypophosphorsäure, Irgafos® 168 und Mischungen davon ein.

2. Im Wesentlichen lineare Fettsäure und/oder Fettalkoholmonoester

[0078] Wahlweise kann ein im Wesentlichen linearer Fettsäuremonoester der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung zugesetzt werden und liegt häufig zumindest in einer geringen Menge als Nebenbestandteil in dem DEQA-Rohmaterial vor.

[0079] Monoester von im Wesentlichen linearen Fettsäuren und/oder -alkoholen, welche das Modifikationsmittel unterstützen, enthalten etwa 12 bis etwa 25, vorzugsweise etwa 13 bis etwa 22, stärker bevorzugt von etwa 16 bis etwa 20 Kohlenstoffatome insgesamt, wobei die Fetteinheit, entweder Säure oder Alkohol, etwa 10 bis etwa 22, vorzugsweise etwa 12 bis etwa 18, stärker bevorzugt von etwa 16 bis etwa 18, Kohlenstoffatome enthält. Die kürzere Einheit, entweder Alkohol oder Säure, enthält etwa 1 bis etwa 4, vorzugsweise etwa

1 bis etwa 2, Kohlenstoffatome. Bevorzugt sind Fettsäureester von Niederalkoholen, insbesondere Methanol. Diese linearen Monoester sind manchmal in dem DEQA-Rohmaterial vorhanden oder können einer DEQA-Vormischung als Vormischung-Fluidifizierungsmittel zugegeben werden und/oder zur Unterstützung des Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels bei der Verarbeitung der Weichmacherzusammensetzung zugegeben werden.

3. Optionaler nichtionischer Weichmacher

[0080] Ein optionales zusätzliches Weichmachermittel der vorliegenden Erfindung ist ein nichtionisches Textilweichmachermaterial. Typischerweise besitzen solche nichtionischen Textilweichmachermaterialien ein HLB von etwa 2 bis etwa 9, noch typischer von etwa 3 bis etwa 7. Solche nichtionischen Textilweichmachermaterialien tendieren dazu, leicht dispergiert zu werden, entweder von sich aus oder wenn sie mit anderen Materialien, wie kationischem einzel-langkettigem Alkyl-Tensid, das hierin zuvor ausführlich beschrieben wurde, kombiniert werden. Die Dispergierfähigkeit kann durch den Einsatz von mehr kationischem, einzel-langkettigem Alkyl-Tensid, einer Mischung mit anderen Materialien, wie im Folgenden dargelegt, die Verwendung von heißem Wasser und/oder unter mehr Bewegung verbessert werden. Im Allgemeinen sollten die gewählten Materialien relativ kristallin, höherschmelzend (z. B. $> 50^{\circ}\text{C}$) und relativ wasserunlöslich sein.

[0081] Der Anteil an optionalem, nichtionischen Weichmacher in der festen Zusammensetzung beträgt typischerweise etwa 10% bis etwa 40%, vorzugsweise von etwa 15% bis etwa 30%, und das Verhältnis des optionalen, nichtionischen Weichmachers zu DEQA beträgt etwa 1 : 6 bis etwa 1 : 2, vorzugsweise von etwa 1 : 4 bis etwa 1 : 2. Der Anteil an optionalem, nichtionischen Weichmacher in der flüssigen Zusammensetzung beträgt typischerweise etwa 0,5% bis etwa 10%, vorzugsweise von etwa 1% bis etwa 5%.

[0082] Bevorzugte nichtionische Weichmacher sind partielle Fettsäureester von mehrwertigen Alkoholen oder Anhydriden davon, wobei die Alkohol, oder Anhydrid, 2 bis etwa 18, vorzugsweise 2 bis etwa 8, Kohlenstoffatome enthält und jede Fettsäureeinheit etwa 12 bis etwa 30, vorzugsweise etwa 16 bis etwa 20, Kohlenstoffatome enthält. Typischerweise enthalten solche Weichmacher etwa 1 bis etwa 3, vorzugsweise etwa 2 Fettsäuregruppen pro Molekül.

[0083] Der Anteil an mehrwertigem Alkohol des Esters kann Ethylenglykol, Glycerol, Poly(z. B. Di-, Tri-, Tetra-, Penta- und/oder Hexa-)glycerol, Xylitol, Saccharose, Erythritol, Pentaerythritol, Sorbitol oder Sorbitan sein. Sorbitanester und Polyglycerolmonostearat sind besonders bevorzugt.

[0084] Der Fettsäureanteil des Esters ist normalerweise von Fettsäuren mit etwa 12 bis etwa 30, vorzugsweise von etwa 16 bis etwa 20, Kohlenstoffatomen, wobei typische Beispiele der Fettsäuren Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure und Behensäure sind.

[0085] Stark bevorzugte optionale, nichtionische Weichmachermittel für die Verwendung in der vorliegenden Erfindung sind die Sorbitanester, bei denen es sich um veresterte Dehydratisationsprodukte von Sorbitol handelt, und die Glycerolester.

[0086] Sorbitol, das typischerweise durch die katalytische Hydrierung von Glucose hergestellt wird, kann in einer allgemein bekannten Weise zur Bildung von Mischungen von 1,4- und 1,5-Sorbitolanhydriden und kleiner Mengen von Isosorbiden dehydratisiert werden. (Siehe das US-Pat. Nr. 2 322 821, Brown, erteilt am 29. Juni 1943, hierin durch den Bezug mit eingeschlossen).

[0087] Die vorgenannten Typen komplexer Mischungen von Anhydriden von Sorbitol sind hierin unter dem Begriff "Sorbitan" zusammengefasst. Es wird anerkannt, dass diese "Sorbitan"-Mischung auch etwas freies, nichtcyclisiertes Sorbitol enthält.

[0088] Die bevorzugten Sorbitan-Weichmachermittel des hierin verwendeten Typs können durch Verestern der "Sorbitan"-Mischung mit einer Fettacylgruppe auf standardmäßige Weise, z. B. durch Umsetzung mit einem Fettsäurehalogenid oder Fettsäure, hergestellt werden. Die Veresterungsreaktion kann bei jeder der verfügbaren Hydroxylgruppen erfolgen, und es können verschiedene Mono-, Di- etc. -ester hergestellt werden. De facto resultieren Mischungen von Mono-, Di-, Tri- etc. -estern fast immer aus solchen Umsetzungen, und die stöchiometrischen Verhältnisse der Reaktanten können einfach eingestellt werden, um das gewünschte Reaktionsprodukt zu begünstigen.

[0089] Für die kommerzielle Herstellung der Sorbitanester-Materialien werden eine Veretherung und Veresterung allgemein in dem gleichen Verarbeitungsschritt durch direktes Umsetzen von Sorbitol mit Fettsäuren bewerkstelligt. Ein derartiges Verfahren zur Sorbitanester-Herstellung ist ausführlicher in MacDonald; "Emulsifiers": Processing and Quality Control ("Emulgatoren": Verarbeitung und Qualitätskontrolle); Journal of the American Oil Chemist's Society, Bd. 45, Oktober 1968, beschrieben.

[0090] Details, einschließlich der Formel, der bevorzugten Sorbitanester hierin, sind in dem US-Pat. Nr. 4 128 484 zu finden, das hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

[0091] Bestimmte Derivate der hierin beschriebenen bevorzugten Sorbitanester, insbesondere der "Nieder"ethoxylate davon (d. h. Mono-, Di- und Triester, bei welchen eine oder mehrere der unveresterten -OH-Gruppen eine bis etwa zwanzig Oxyethyleneinheiten enthalten [Tweens[®]], sind ebenfalls in der Zusam-

mensetzung der vorliegenden Erfindung nützlich. Daher schließt der Ausdruck "Sorbitanester" für die Zwecke der vorliegenden Erfindung solche Derivate ein.

[0092] Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung ist es bevorzugt, dass eine signifikante Menge an Di- und Trisorbitanestern in der Estermischung vorhanden sind. Estermischungen mit 20–50% Monoester, 25– 50% Diester und 10–35% Tri- und Tetraestern sind bevorzugt.

[0093] Das Material, das kommerziell als Sorbitanmonoester vertrieben wird (z. B. Monostearat), enthält in der Tat signifikante Mengen an Di- und Triestern, und eine typische Analyse von Sorbitan-Monostearat zeigt an, dass es ca. 27% Mono-, 32% Di- und 30% Tri- und Tetraester umfasst. Kommerzielles Sorbitanmonostearat ist daher ein bevorzugtes Material. Mischungen von Sorbitanstearat und Sorbitanpalmitat mit Stearat/Palmitat-Gewichtsverhältnissen, die zwischen 10 : 1 und 1 : 10 schwanken, und 1,5-Sorbitanester sind nützlich. Sowohl die 1,4- als auch die 1,5-Sorbitanester sind hierin von Nutzen.

[0094] Andere nützliche Alkylsorbitanester zur Verwendung in den hierin beschriebenen Weichmacherzusammensetzungen schließen Sorbitanmonolaurat, Sorbitanmonomyristat, Sorbitanmonopalmitat, Sorbitanmonobehenat, Sorbitanmonooleat, Sorbitandilaurat, Sorbitandimyristat, Sorbitandipalmitat, Sorbitandistearat, Sorbitandibehenat, Sorbitandioleat und Mischungen davon, und gemischte Talgalkylsorbitanmono- und -diester ein. Solche Mischungen sind leicht herzustellen durch Umsetzen der vorgenannten hydroxy-substituierten Sorbitane, insbesondere der 1,4- und 1,5-Sorbitane, mit der entsprechenden Säure oder dem Säurechlorid in einer einfachen Veresterungsreaktion. Es ist natürlich anzuerkennen, dass auf diese Weise hergestellte kommerzielle Materialien Mischungen umfassen, die in der Regel geringere Anteile an nichtcyclisiertem Sorbitol, Fettsäuren, Polymeren, Isosorbidstrukturen und dergleichen umfassen. In der vorliegenden Erfindung ist es bevorzugt, dass solche Verunreinigungen in einem so gering wie möglichen Anteil vorhanden sind.

[0095] Die hierin verwendeten bevorzugten Sorbitanester können bis zu etwa 15 Gew.- Ester der C₂₀-C₂₆ und höhere Fettsäuren sowie kleinere Mengen an C₈- und niedrigeren Fettestern enthalten.

[0096] Glycerol- und Polyglycerolester, insbesondere Glycerol-, Diglycerol-, Triglycerol- und Polyglycerolmono- und/oder -diester, vorzugsweise mono-, sind ebenfalls hierin bevorzugt (z. B. Polyglycerolmonostearat mit dem Handelsnamen Radiesurf 7248). Glycerolester können aus natürlich vorkommenden Triglyceriden durch normale Extraktions-, Reinigungs- und/oder Veresterungsverfahren zwischen diesen oder durch Veresterungsverfahren des hierin zuvor für Sorbitanester dargelegten Typs hergestellt werden. Partielle Ester von Glycerin können ebenfalls ethoxiliert werden unter Bildung verwendbarer Derivate, die in dem Ausdruck "Glycerolester" eingeschlossen sind.

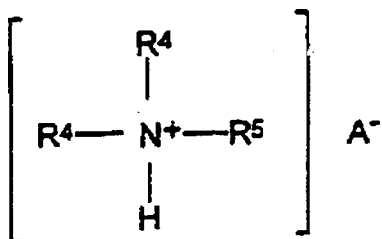
[0097] Nützliche Glycerol- und Polyglycerolester schließen Monoester mit Stearin-, Olein-, Palmitin-, Laurin-, Isostearin-, Myristin- und/oder Behensäuren und die Diester von Stearin-, Olein-, Palmitin-, Laurin-, Isostearin-, Behen- und/oder Myristinsäuren ein. Es versteht sich, dass der typische Monoester etwas Di- und Triester etc. enthält.

[0098] Die "Glycerolester" schließen auch die Polyglycerol-, z. B. Diglycerol- bis Octaglycerolester, ein. Die Polyglycerolpolyole werden durch Kondensieren von Glycerin oder Epichlorhydrin zusammen gebildet, um die Glyceroleinheiten mittels Etherbindungen zu verbinden. Die Mono- und/oder Diester der Polyglycerolpolyole sind bevorzugt, wobei die Fettacylgruppen typischerweise die für Sorbitan- und Glycerolester zuvor beschriebenen sind.

[0099] Die Leistung z. B. von Glycerol- und Polyglycerolmonoestern wird durch das Vorhandensein des kationischen Diestermaterials, das zuvor beschrieben wurde, verbessert.

[0100] Noch andere erwünschte optionale "nichtionische" Weichmacher sind Ionenpaare von anionischen Waschtensiden und Fettamine, oder quaternäre Ammoniumderivate davon, z. B. die in dem US-Pat. Nr. 4 756 850, Nayar, erteilt am 12. Juli 1988, offenbaren, wobei das Patent hierin durch den Bezug eingeschlossen ist. Diese Ionenpaare wirken wie nichtionische Materialien, da sie nicht leicht in Wasser ionisieren. Sie enthalten typischerweise mindestens zwei lange hydrophobe Gruppen (Ketten).

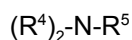
[0101] Die Ionenpaarkomplexe können durch die folgende Formel angegeben werden:



worin jedes R⁴ unabhängig C₁₂-C₂₀-Alkyl oder -Alkenyl sein kann und R⁵ H oder CH₃ ist. A⁻ steht für eine anionische Verbindung und schließt eine Vielzahl an anionischen Tensiden, sowie verwandte Verbindungen mit kürzeren Alkylketten ein, die keine Oberflächenaktivität aufweisen müssen. A⁻ ist gewählt aus der Gruppe bestehend aus Alkylsulfonaten, Arylsulfonaten, Alkylarylsulfonaten, Alkylsulfaten, Dialkylsulfosuccinaten, Alkylo-

xybenzolsulfonaten, Acylisethionaten, Acylalkyltauraten, alkyl-ethoxylierten Sulfaten, Olefinsulfonaten, vorzugsweise Benzolsulfonaten und linearen C₁-C₅-Alkylbenzolsulfonaten oder Mischungen davon.

[0102] Die Ausdrücke "Alkylsulfonat" und "lineares Alkylbenzolsulfonat", wie hierin verwendet, sollen Alkylverbindungen mit einer Sulfonateinheit sowohl an einer festen Position entlang der Kohlenstoffkette als auch an einer statistischen Position entlang der Kohlenstoffkette einschließen. Ausgangs-Alkylamine besitzen die Formel:



worin jedes R⁴ C₁₂-C₂₀-Alkyl oder -Alkenyl ist und R⁵ H oder CH₃ ist.

[0103] Die anionischen Verbindungen (A⁻), die in dem Ionenpaarkomplex der vorliegenden Erfindung nützlich sind, sind die Alkylsulfonate, Arylsulfonate, Alkylarylsulfonate, Alkylsulfate, alkyl-ethoxylierten Sulfate, Dialkylsulfosuccinate, ethoxylierten Alkylsulfonate, Alkyloxybenzolsulfonate, Acylisethionate, Acylalkyltaurate und Paraffinsulfonate.

[0104] Die bevorzugten Anione (A⁻), die in dem Ionenpaarkomplex der vorliegenden Erfindung nützlich sind, schließen die Benzolsulfonate und die C₁-C₅-linearen Alkylbenzolsulfonate (LAS), insbesondere C₁-C₃-LAS, ein. Am meisten bevorzugt ist C₃-LAS. Die Benzolsulfonateinheit von LAS kann an jedem beliebigen Kohlenstoffatom der Alkylkette positioniert sein und befindet sich häufig an dem zweiten Atom für Alkylketten, die drei oder mehr Kohlenstoffatome enthalten.

[0105] Stärker bevorzugt sind Komplexe, die aus der Kombination von Ditalgamin (hydriert oder unhydriert), das mit einem Benzolsulfonat oder C₁-C₅-linearem Benzolsulfonat einen Komplex bilden, und Distearylamin, das mit einem Benzolsulfonat oder mit einem C₁-C₅-linearen Alkylbenzolsulfonat einen Komplex bildet. Noch stärker bevorzugt sind jene Komplexe, die aus hydriertem Ditalgamin oder Distearylamin, das mit einem C₁-C₃-linearen Alkylbenzolsulfonat (LAS) einen Komplex bildet, gebildet werden. Am meisten bevorzugt sind Komplexe, die aus hydriertem Ditalgamin oder Distearylamin, die mit C₃-linearem Alkylbenzolsulfonat einen Komplex bilden, gebildet werden.

[0106] Das Amin und die anionische Verbindung werden in einem Molverhältnis von Amin zu anionischer Verbindung im Bereich von etwa 10 : 1 bis etwa 1 : 2, vorzugsweise von etwa 5 : 1 bis etwa 1 : 2, stärker bevorzugt von etwa 2 : 1 bis etwa 1 : 2, und am meisten bevorzugt von 1 : 1 kombiniert. Dies kann durch eine beliebige Anzahl an Methoden, darin eingeschlossen, aber nicht beschränkt auf, das Herstellen einer Schmelze der anionischen Verbindung (in Säureform) und des Amins und das anschließende, Verarbeiten zu dem gewünschten Teilchengrößenbereich bewerkstelligt werden.

[0107] Eine Beschreibung von Ionenpaarkomplexen, Herstellungsverfahren und nichteinschränkende Beispiele von Ionenpaarkomplexen und Ausgangs-Aminen, die für die Verwendung in der vorliegenden Erfindung geeignet sind, sind in dem US-Patent Nr. 4 915 854, Mao et al., erteilt am 10. April 1990, und dem US-Patent Nr. 5 019 280, Caswell et al., erteilt am 28. Mai 1991, aufgeführt, wobei beide Patente durch den Bezug hierin eingeschlossen sind.

[0108] Zusammengefasst werden die hierin nützlichen Ionenpaare gebildet durch Umsetzen eines Amins und/oder eines quaternären Ammoniumsalzes, das mindestens ein, und vorzugsweise zwei, lange hydrophobe Ketten (C₁₂-C₃₀, vorzugsweise C₁₁-C₂₀) enthält, mit einem anionischen Waschtensid der Typen, die in dem US-Pat. Nr. 4 756 850, insbesondere Spalte 3, Zeilen 29-47, offenbart sind. Geeignete Verfahren zur Bewerkstelligung einer solchen Reaktion sind ebenfalls in dem US-Pat. Nr. 4 756 850, Spalte 3, Zeilen 48-65, beschrieben.

[0109] Die äquivalenten Ionenpaare, die unter Verwendung von C₁₂-C₃₀-Fettsäuren gebildet werden, sind ebenfalls erwünscht. Beispiele für solche Materialien sind als gute Textilweichmacher bekannt, wie sie in dem US-Pat. Nr. 4 237 155, Kardouche, erteilt am 2. Dez. 1980, beschrieben sind, wobei das Patent hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

[0110] Andere in der vorliegenden Erfindung nützliche partielle Fettsäureester sind Ethylenglykoldistearat, Propylenglykoldistearat, Xylitolmonopahnitat, Pentaerythritohnonostearat, Saccharosemonostearat, Saccharosedistearat und Glycerolmonostearat. Wie mit den Sorbitanestern, enthalten kommerziell verfügbare Monoester normalerweise beträchtliche Mengen an Di- oder Triestern.

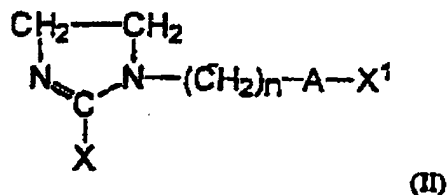
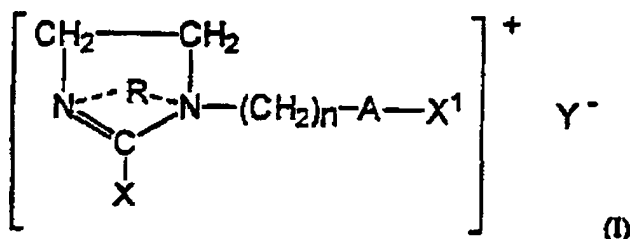
[0111] Noch andere geeignete nichtionische Textilweichmachermaterialien schließen langkettige Fettalkohole und/oder Säuren und Ester davon mit etwa 16 bis etwa 30, vorzugsweise von etwa 18 bis etwa 22, Kohlenstoffatomen, Ester solcher Verbindungen mit niederen (C₁-C₄-) Fettalkoholen oder Fettsäuren und niedere (1-4) Alkoxylierungs-(C₁-C₄-)Produkte solcher Materialien ein.

[0112] Diese anderen partiellen Fettsäureester, Fettalkohole und/oder -säuren und/oder -ester davon und alkoxylierte Alkohole und jene Sorbitanester, welche nicht optimale Emulsionen/Dispersionen bilden, können durch Hinzufügen von anderem kationischem, zweifach-langkettigem Material verbessert werden, wie hierin zuvor und im Folgenden beschrieben ist, oder anderen nichtionischen Weichmachermaterialien, um bessere Resultate zu erzielen.

[0113] Die oben stehend erläuterten nichtionischen Verbindungen werden korrekt als "Weichmachermittel" bezeichnet, weil die Verbindungen, wenn sie korrekt auf eine Textilie aufgebracht werden, ein weiches, schlüpfriges Anfühlen der Textilie verleihen. Jedoch erfordern sie ein kationisches Material, wenn man solche Verbindungen wirksam über eine verdünnte, wässrige Spüllösung auf Textilien aufbringen will. Eine gute Abscheidung der oben stehenden Verbindungen wird durch ihre Kombination mit den hierin zuvor und nachstehend erläuterten kationischen Weichmachern erzielt. Die partiellen Fettsäureestermaterialien sind für ihre biologische Abbaubarkeit und die Fähigkeit zur Einstellung des HLB des nichtionischen Materials auf eine Vielzahl von Wegen, z. B. durch Variieren der Verteilung von Fettsäurekettenlängen, des Sättigungsgrades etc. zusätzlich zur Vorsehung von Mischungen bevorzugt.

4 Optionale Imidazolin-Weichmacherverbindung

[0114] Wahlweise enthält die feste Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung etwa 1% bis etwa 30%, vorzugsweise etwa 5% bis etwa 20%, und die flüssige Zusammensetzung enthält etwa 1% bis etwa 20 %, vorzugsweise etwa 1% bis etwa 15% einer zweifach substituierten Imidazolin-Weichmacherverbindung der Formel:



oder Mischungen davon, worin A wie hierin zuvor für Y² definiert ist; X¹ und X unabhängig eine C₁₁-C₂₂-Hydrocarbylgruppe, vorzugsweise eine C₁₃-C₁₈-Alkylgruppe, am meisten bevorzugt eine geradkettige Talgalkylgruppe sind; R eine C₁-C₄-Hydrocarbylgruppe, vorzugsweise eine C₁-C₃-Alkyl-, -Alkenyl- oder Hydroxyalkylgruppe ist, z. B. Methyl (am meisten bevorzugt), Ethyl, Propyl, Propenyl, Hydroxyethyl, 2-, 3-Di-hydroxypropyl und dergleichen ist; und n unabhängig 2 bis etwa 4, vorzugsweise etwa 2, ist. Das Gegenion X⁻ kann jegliches weichmacherkompatible Anion sein, zum Beispiel Chlorid, Bromid, Methylsulfat, Ethylsulfat, Formiat, Sulfat, Nitrat und dergleichen sein.

[0115] Die oben stehenden Verbindungen können wahlweise der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung als DEQA-Vormischungs-Fluidifizierungsmittel zugegeben werden oder später bei der Verarbeitung der Zusammensetzung wegen ihrer Weichmacher-, Fänger- und/oder Antistatikvorteile zugegeben werden. Wenn diese Verbindungen der DEQA-Vormischung als Vormischungs-Fluidifizierungsmittel zugesetzt werden, beträgt das Verhältnis der Verbindung zu DEQA etwa 2 : 3 bis etwa 1 : 100, vorzugsweise etwa 1 : 2 bis etwa 1 : 50.

[0116] Die Verbindung (I) kann durch Quaternisieren einer substituierten Imidazolinesterverbindung hergestellt werden. Die Quaternisierung kann durch jegliches bekannte Quaternisierungsverfahren erreicht werden. Ein bevorzugtes Quaternisierungsverfahren ist in dem US-Pat. Nr. 4 954 635, Rosario-Jansen et al., erteilt am 4. Sept. 1990, offenbart, dessen Beschreibung hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

[0117] Die zweifach substituierten Imidazolinverbindungen, die in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung enthalten sind, sollen biologisch abbaubar sein und gegenüber Hydrolyse aufgrund der Estergruppe auf dem Alkylsubstituenten empfindlich sein. Darüber hinaus sind die in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung enthaltenen Imidazolinverbindungen gegenüber einer Ringöffnung unter bestimmten Bedingungen empfindlich. Als solche sollte darauf geachtet werden, diese Verbindungen unter Bedingungen zu behandeln, die diese Konsequenzen vermeiden. Zum Beispiel werden stabile flüssige Zusammensetzungen hierin vorzugsweise bei einem pH-Wert im Bereich von etwa 1,5 bis etwa 5,0, am meisten bevorzugt bei einem pH-Bereich von etwa 1,8 bis 3,5, formuliert. Der pH-Wert kann durch Zusetzen einer Bronstedtsäure eingestellt werden. Beispiele für geeignete Bronstedtsäuren schließen die anorganischen Mineralsäuren, Carbonsäuren, insbesondere die niedermolekulargewichtigen (C₁-C₅-) Carbonsäuren und Alkylsulfonsäuren ein. Ge-

eignete organische Säuren schließen Ameisen-, Essig-, Benzoe-, Methylsulfon- und Ethylsulfonsäure ein. Bevorzugte Säuren sind Salz- und Phosphorsäuren. Weiterhin sollten diese Verbindungen enthaltende Zusammensetzungen im Wesentlichen frei von unprotonierten, acyclischen Aminen gehalten werden.

[0118] In vielen Fällen ist es vorteilhaft, eine 3-Komponenten-Zusammensetzung zu verwenden, umfassend: (A) einen kationischen quaternären Diester-Ammoniumweichmacher, wie Di(talg-oyl-oxy-ethyl)dimethylammoniumchlorid; (B) ein Viskositäts-/Dispergierfähigkeits-Modifikationsmittel, z. B. kationisches, einfach-langkettiges Alkyl-Tensid, wie Fettsäurecholinester, Cetyl- oder Talgalkyltrimethylammoniumbromid oder -chlorid, etc., ein nichtionisches Tensid, oder Mischungen davon; und (C) eine zweifach-langkettige Imidazolinesterverbindung an Stelle von einigen der DEQA. Die zusätzliche zweifach-langkettige Imidazolinesterverbindung, sowie die Vorsehung zusätzlicher Weichmacher- und insbesondere von Antistatikkvorteilen dient auch als Reservoir weiterer positiver Ladung, so dass jegliches anionisches Tensid, das in die Spüllösung von einem herkömmlichen Waschvorgang übertragen wird, wirksam neutralisiert wird.

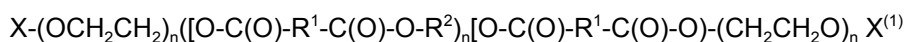
5 Optionale aber stark bevorzugtes Schmutzabweisungsmittel

[0119] Wahlweise enthalten die hierin beschriebenen Zusammensetzungen 0% bis etwa 10%, vorzugsweise etwa 0,1% bis etwa 5%, stärker bevorzugt etwa 0,1% bis etwa 2% eines Schmutzabweisungsmittels. Vorzugsweise ist ein solches Schmutzabweisungsmittel ein Polymer. Polymere Schmutzabweisungsmittel, die in der vorliegenden Erfindung nützlich sind, schließen copolymere Blöcke von Terephthalat und Polyethylenoxid oder Polypropylenoxid und dergleichen ein. Diese Mittel führen zu einer zusätzlichen Stabilität der konzentrierten, wässrigen, flüssigen Zusammensetzungen. Daher ist deren Vorhandensein in solchen flüssigen Zusammensetzungen, sogar in Anteilen, die keine Schmutzabweisungsvorteile vorsehen, bevorzugt.

[0120] Ein bevorzugtes Schmutzabweisungsmittel ist ein Copolymer mit Blöcken von Terephthalat und Polyethylenoxid. Insbesondere sind diese Polymere aus Wiederholungseinheiten von Ethylen und/oder Propylen-terephthalat und Polyethylenoxidterephthalat in einem Molverhältnis von Ethylenterephthalateinheiten zu Polyethylenoxidterephthalateinheiten von etwa 25 : 75 bis etwa 35 : 65 aufgebaut, wobei das Polyethylenoxidterephthalat Polyethylenoxidblöcke mit Molekulargewichten von etwa 300 bis etwa 2000 enthält. Das Molekulargewicht dieses polymeren Schmutzabweisungsmittels liegt im Bereich von etwa 5000 bis etwa 55.000.

[0121] Ein weiteres bevorzugtes polymeres Schmutzabweisungsmittel ist ein kristallisierbarer Polyester mit Wiederholungseinheiten von Ethylenterephthalateinheiten, die etwa 10% bis etwa 15 Gew.-% Ethylenterephthalateinheiten enthalten, zusammen mit etwa 10 bis etwa 50 Gew.-% Polyoxyethylenterephthalateinheiten, abgeleitet von einem Polyoxyethylenglykol mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von etwa 300 bis etwa 6000, und das Molverhältnis von Ethylenterephthalateinheiten zu Polyoxyethylenterephthalateinheiten in der kristallisierbaren polymeren Verbindung liegt zwischen 2 : 1 und 6 : 1. Beispiele für dieses Polymer schließen die kommerziell verfügbaren Materialien Zelcon® 4780 (von Du-Pont) und Milease® T (von ICI) ein.

[0122] Stark bevorzugte Schmutzabweisungsmittel sind Polymere der generischen Formel:



worin X jedwede geeignete Kappen bildende Gruppe sein, wobei jedes X gewählt ist aus der Gruppe bestehend aus H und Alkyl oder Acylgruppen, enthaltend etwa 1 bis etwa 4 Kohlenstoffatome, vorzugsweise Methyl, n für seine Wasserlöslichkeit gewählt wird und allgemein etwa 6 bis etwa 113, vorzugsweise etwa 20 bis etwa 50 beträgt, und u für die Formulierung in einer flüssigen Zusammensetzung mit einer relativ hohen Ionenstärke kritisch ist. Es sollte sehr wenig Material geben, bei welchem u größer als 10 ist. Darüber hinaus sollte es mindestens 20%, vorzugsweise mindestens 40% Material geben, bei dem u im Bereich von etwa 3 bis etwa 5 liegt.

[0123] Die R¹-Einheiten sind im Wesentlichen 1,4-Phenylen-Einheiten. Wie hierin verwendet, bezieht sich der Ausdruck "die R¹-Einheiten sind im Wesentlichen 1,4-Phenylen-Einheiten" auf Verbindungen, bei denen die R¹-Einheiten völlig aus 1,4-Phenylen-Einheiten bestehen oder teilweise durch andere Arylen- oder Alkaryleneinheiten, Alkyleneinheiten, Alkenyleneinheiten oder Mischungen davon substituiert sind. Arylen- und Alkaryleneinheiten, die teilweise für 1,4-Phenylen substituiert sein können, schließen 1,3-Phenylen, 1,2-Phenylen, 1,8-Naphthylen, 1,4-Naphthylen, 2,2-Biphenylen, 4,4-Biphenylen und Mischungen davon ein. Alkylen- und Alkenyleneinheiten, die teilweise substituiert sein können, schließen Ethylen, 1,2-Propylen, 1,4-Butylen, 1,5-Peetylen, 1,6-Hexamethylen, 1,7-Heptamethylen, 1,8-Octamethylen, 1,4-Cyclohexylen und Mischungen davon ein.

[0124] Für die R¹-Einheiten sollte der Grad der teilweisen Substitution mit anderen Einheiten als 1,4-Phenylen ein solcher sein, dass die Schmutzabweisungseigenschaften der Verbindung nicht nachteilig in einem größeren Ausmaße beeinflusst werden. Allgemein hängt der Grad der teilweisen Substitution, der toleriert werden kann, von der Grundgerütlänge der Verbindung ab, d. h., längere Grundgerüste können eine höhere teilweise Substitution für 1,4-Phenylen-Einheiten aufweisen. In der Regel besitzen Verbindungen, bei denen das R¹ etwa 50% bis etwa 100% 1,4-Phenylen-Einheiten umfasst (etwa 0 bis etwa 50 % andere Einheiten als 1,4-Phe-

nylen), eine ausreichende Schmutzabweisungsaktivität. Zum Beispiel besitzen Polyester, die gemäß der vorliegenden Erfindung mit einem 40 : 60-Molverhältnis von Isophthal(1,3-Phenyl-) zu Terephthal- (1,4-Phenyl-)säure hergestellt wurden, eine ausreichende Schmutzabweisungsaktivität. Da aber die meisten bei der Faserherstellung verwendeten Polyester Ethylenterephthalateinheiten umfassen, ist es in der Regel wünschenswert, den Grad der teilweisen Substitution mit anderen Einheiten als 1,4-Phenyl für die beste Schmutzabweisungsaktivität zu minimieren. Vorzugsweise bestehen die R¹-Einheiten völlig aus (d. h. umfassen 100%) 1,4-Phenyl-Einheiten, d. h. jede R¹-Einheit ist 1,4-Phenyl.

[0125] Für die R²-Einheiten schließen geeignete Ethyl- oder substituierte Ethyleneinheiten Ethyl-, 1,2-Propyl-, 1,2-Butyl-, 1,2-Hexyl-, 3-Methoxy-1,2-propyl- und Mischungen davon ein. Vorzugsweise sind die R²-Einheiten im Wesentlichen Ethyleneinheiten, 1,2-Propyleneinheiten oder Mischungen davon. Der Einschluss eines größeren Prozentanteils an Ethyleneinheiten tendiert zu einer Verbesserung der Schmutzabweisungsaktivität von Verbindungen. Überraschenderweise tendiert der Einschluss eines größeren Prozentanteils an 1,2-Propyleneinheiten zu einer Verbesserung der Wasserlöslichkeit der Verbindungen.

[0126] Daher ist die Verwendung von 1,2-Propyl-Einheiten oder einem ähnlichen verzweigten Äquivalent für die Einbringung eines beträchtlichen Teils der Schmutzabweisungskomponente in die flüssigen Textilweicherzusammensetzungen wünschenswert. Vorzugsweise sind etwa 75% bis etwa 100%, stärker bevorzugt etwa 90% bis etwa 100%, der R²-Einheiten 1,2-Propyl-Einheiten.

[0127] Der Wert für jedes n ist mindestens etwa 6, und vorzugsweise beträgt er mindestens etwa 10. Der Wert für jedes n liegt in der Regel im Bereich von etwa 12 bis etwa 113. Typischerweise liegt der Wert für jedes n im Bereich von 12 bis etwa 43.

[0128] Eine vollständigere Beschreibung dieser stark bevorzugten Schmutzabweisungsmittel ist in der europäischen Patentanmeldung 185 427, Gosselink, veröffentlicht am 25. Juni 1986, enthalten, die hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

6. Cellulase

[0129] Die in den hierin beschriebenen Zusammensetzungen verwendbare optionale Cellulase kann jedwede bakterielle oder pilzliche Cellulase sein. Geeignete Cellulasen sind beispielsweise in der GB-A-2 075 028, GB-A-2 095 275 und DE-OS-24 47 832 offenbart, die alle hierin durch den Bezug in ihrer Gesamtheit eingeschlossen sind.

[0130] Beispiele für solche Cellulasen sind Cellulasen, die durch einen Stamm von *Humicola insolens* (*Humicola grisea* var. *thermoidea*), insbesondere durch den *Humicola*-Stamm DSM 1800, gebildet werden, und ein Cellulase 212 erzeugender Pilz, welcher zur Gattung *Aeromonas* gehört, und aus dem Hepatopankreas eines meeresbewohnenden Mollusken (*Dolabella Auricula Solander*) extrahierte Cellulase.

[0131] Die der Zusammensetzung der Erfindung zugesetzte Cellulase kann in der Form eines nicht staubenden Granulats, z. B. von "Marumen" oder "Prill", oder in der Form einer Flüssigkeit, z. B. einer, in welcher die Cellulase als Cellulasekonzentrat, suspendiert z. B. in einem nichtionischen Tensid oder gelöst in einem wässrigen Medium, vorgesehen ist.

[0132] Bevorzugte Cellulasen für die hierin beschriebene Verwendung sind dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens 10% Entfernung der immobilisierten, radioaktiv markierten Carboxymethylcellulose gemäß dem C¹⁴CMC-Verfahren, das in der EPA 350 098 beschrieben ist (hierin durch den Bezug in seiner Gesamtheit eingeschlossen) bei 25 × 10⁶ Gew.-% Cellulaseprotein in der Wäschewaschstestlösung vorsehen.

[0133] Die am meisten bevorzugten Cellulasen sind jene, die in der Internationalen Patentanmeldung WO 91/17243, beschrieben sind, die hierin durch den Bezug in ihrer Gesamtheit eingeschlossen ist. Zum Beispiel kann ein in den Zusammensetzungen der Erfindung nützliches Cellulasenpräparat im Wesentlichen aus einer homogenen Endoglucanase-Komponente bestehen, die mit einem Antikörper immunoreaktiv ist, welcher gegen eine hoch gereinigte 43 kD-Cellulase gezüchtet wird, abgeleitet von *Humicola insolens*, DSM 1800, oder welche mit der 43 kD-Endoglucanase homolog ist bzw. übereinstimmt.

[0134] Die hierin beschriebenen Cellulasen sollten in den flüssigen Textilconditionierungszusammensetzungen der vorliegenden Erfindung in einem Anteil verwendet werden, welcher einer Aktivität von etwa 1 bis etwa 125 CEVU/Gramm Zusammensetzung [CEVU = Cellulase-Äquivalent-Viskosität-Einheit, wie zum Beispiel in der WO 91/13136 beschrieben, die hierin durch den Bezug in ihrer Gesamtheit eingeschlossen ist], und vorzugsweise einer Aktivität von etwa 5 bis etwa 100 entspricht. Die hierin beschriebenen granulären festen Zusammensetzungen enthalten typischerweise einen Anteil an Cellulase-Äquivalent zu einer Aktivität von etwa 1 bis etwa 250 CEVU/Gramm Zusammensetzung, vorzugsweise einer Aktivität von etwa 10 bis etwa 150.

7. Optionale Bakterizide

[0135] Beispiele für Bakterizide, die in den Zusammensetzungen dieser Erfindung Verwendung finden, sind Glutaraldehyd, Formaldehyd, 2-Brom-2-nitropropan-1,3-diol, vertrieben von Inolex Chemicals unter dem Han-

delsnamen Bronopol[®], und eine Mischung von 5-Chlor-2-methyl-4-isothiazolin-3-on und 2-Methyl-4-isothiazolin-3-on, vertrieben von Rohm und Haas Company unter dem Handelsnamen Kathon[®] CG/ICP. Typische Anteile an Bakteriziden, die in der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden, sind etwa 1 bis etwa 1000 ppm, bezogen auf das Gewicht der Zusammensetzung.

8. Andere optionale Bestandteile

[0136] Anorganische Viskositätsregulierungsmittel, wie wasserlösliche, ionisierbare Salze, können ebenfalls wahlweise in die Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung eingebracht werden. Eine breite Vielzahl an ionisierbaren Salzen kann verwendet werden. Beispiele für geeignete Salze sind die Halogenide der Gruppe IA und IIA-Metalle des Periodensystems, z. B. Calciumchlorid, Magnesiumchlorid, Natriumchlorid, Kaliumbromid und Lithiumchlorid. Die ionisierbaren Salze sind besonders nützlich während den Mischvorgangs der Bestandteile zur Herstellung der hierin beschriebenen Zusammensetzungen, und später, um die gewünschte Viskosität zu erhalten. Die Menge der verwendeten ionisierbaren Salze hängt von der Menge der in den Zusammensetzungen verwendeten Wirkstoffbestandteile ab und kann entsprechend den Wünschen des Formulators eingestellt werden. Typische Anteile der verwendeten Salze zur Regulierung der Viskosität der Zusammensetzung sind von etwa 20 bis etwa 10.000 Teile pro Million (ppm), vorzugsweise von etwa 20 bis etwa 4000 ppm, bezogen auf das Gewicht der Zusammensetzung.

[0137] Alkylenpolyammoniumsalze können in die Zusammensetzung eingebracht werden, um die Viskositätsregulierung zusätzlich zu oder an Stelle der oben genannten wasserlöslichen, ionisierbaren Salze zu erhalten. Ferner können diese Mittel als Radikalfänger, die Ionenpaare bilden mit von der Hauptwäsche herübertretenden anionischem Detergens, fungieren, und zwar beim Spülen und auf Textilien, und sie können die Weichheitsleistung verbessern. Diese Mittel können die Viskosität über einen breiteren Temperaturbereich, insbesondere bei niedrigen Temperaturen, im Vergleich zu den anorganischen Elektrolyten, stabilisieren.

[0138] Spezifische Beispiele für Alkylenpolyammoniumsalze schließen 1-Lysin-monohydrochlorid und 1,5-Diammonium-2-methylpentan-dihydrochlorid ein.

[0139] Die vorliegende Erfindung kann andere optionale Komponenten, die herkömmlicherweise in Textilbehandlungszusammensetzungen verwendet werden, zum Beispiel Farbstoffe, Färbemittel, Duftstoffe, Konservierungsmittel, optische Aufheller, Opazifizierungsmittel, Textilkonditionierungsmittel, Tenside, Stabilisatoren, wie Guar gummi und Polyethylenglykol, Antischumpfungsmittel, Antifaltenmittel, bröckelbildende Textilmittel, Detachiermittel, Germizide, Fungizide, Antioxidantien, wie butyliertes Hydroxytoluol-, Antikonosionsmittel und dergleichen einschließen.

[0140] Gemäß dem Verfahrensaspekt dieser Erfindung werden Textilien oder Fasern mit einer wirksamen Menge in Kontakt gebracht, allgemein von etwa 10 ml bis etwa 150 ml (pro 3,5 kg zu behandelnde Faser oder Textilie) der hierin beschriebenen Weichmacherwirkstoffe (einschließlich DEQA) in einem wässrigen Bad. Natürlich basiert die verwendete Menge auf der Einschätzung durch den Anwender, je nach der Konzentration der Zusammensetzung, der Faser oder dem Textilientyp, dem Grad der gewünschten Weichheit und dergleichen. Vorzugsweise enthält das Spülbad etwa 10 bis etwa 1000 ppm, vorzugsweise etwa 50 bis etwa 500 ppm der hierin beschriebenen DEQA-Textilweichmacherverbindungen.

(F) Feste partikuläre Zusammensetzungen

[0141] Wie hierin zuvor erläutert, umfasst die Erfindung auch feste, partikuläre Zusammensetzungen, umfassend:

(A) von etwa 50% bis etwa 95%, vorzugsweise von etwa 60% bis etwa 90%, an biologisch abbaubarer kationischer Weichmacherverbindung, vorzugsweise quaternäre Ammonium-Textilweichmacherverbindung;

(B) von etwa 0,01% bis etwa 15%, vorzugsweise von etwa 0,05% bis etwa 5%, einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) wahlweise von 0% bis etwa 30%, vorzugsweise von etwa 3% bis etwa 15% an Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel; und

(D) von 0% bis etwa 10% eines pH-Modifikationsmittels.

1. Optionales pH-Modifikationsmittel

[0142] Da die biologisch abbaubaren kationischen quaternären Diester-Ammonium-Textilweichmacherwirkstoffe etwas labil gegenüber Hydrolyse sind, ist es bevorzugt, optionale pH-Modifikationsmittel in der festen, partikulären Zusammensetzung einzuschließen, welcher Wasser hinzugegeben wird, um stabile verdünnte oder konzentrierte flüssige Weichmacherzusammensetzungen zu bilden. Die stabilen flüssigen Zusammensetzungen sollten einen pH-Wert (rein) von etwa 2 bis etwa 5, vorzugsweise von etwa 2 bis etwa 4,5, stärker bevorzugt von etwa 2 bis etwa 4, aufweisen.

[0143] Der pH-Wert kann durch Einbringen einer festen, wasserlöslichen Bronstedsäure eingestellt werden. Beispiele für geeignete Bronstedsäuren schließen anorganische Mineralsäuren, wie Borsäure, Natriumbisulfat, Kaliumbisulfat, einbasiges Natriumphosphat, einbasiges Kaliumphosphat und Mischungen davon; organische Säuren, wie Citronensäure, Fumarsäure, Maleinsäure, Äpfelsäure, Gerbsäure, Gluconsäure, Glutaminsäure, Weinsäure, Glykolsäure, Chloressigsäure, Phenoxyessigsäure, 1,2,3,4-Butantetracarbonsäure, Benzolsulfonsäure, Benzolphosphonsäure, Orthotoluolsulfonsäure, para-Toluolsulfonsäure, Phenolsulfonsäure, Naphthalinsulfonsäure, Oxalsäure, 1,2,4,5-Pyromellithsäure, 1,2,4-Trimellithsäure, Adipinsäure, Benzoessäure, Phenylessigsäure, Salicylsäure, Bernsteinsäure und Mischungen davon; und Mischungen von mineralischen anorganischen Säuren und organischen Säuren ein. Bevorzugte pH-Modifikationsmittel sind Citronensäure, Gluconsäure, Weinsäure, 1,2,3,4-Butantetracarbonsäure, Äpfelsäure und Mischungen davon.

[0144] Wahlweise können Materialien, die feste Clathrate bilden können, wie Cyclodextrine und/oder Zeolithe etc., als Zusatzmittel in der festen, partikulären Zusammensetzung als Wirtsträger von konzentrierten flüssigen Säuren und/oder Anhydriden, wie Essigsäure, HCl, Schwefelsäure, Phosphorsäure, Salpetersäure, Carbonensäure etc. verwendet werden. Ein Beispiel für solche festen Clathrate ist in Zeolith A adsorbiertes Kohlendioxid, wie in dem US-Patent 3 888 998, Whyte und Samps, erteilt am 10. Juni 1975, und dem US-Patent 4 007 134, Liepe und Japikse, erteilt am 8. Februar 1977, offenbart, wobei beide Patente hierin durch den Bezug eingeschlossen sind. Beispiele für Einschlusskomplexe von Phosphorsäure, Schwefelsäure und Salpetersäure und Verfahren zur deren Herstellung sind in dem US-Pat. Nr. 4 365 061, erteilt am 21. Dez. 1982 an Szejtli et al., offenbart, wobei das Patent hierin durch den Bezug eingeschlossen ist.

[0145] Bei einer Verwendung wird das pH-Modifikationsmittel typischerweise in einem Anteil von etwa 0,01% bis etwa 10 Gew.-%, vorzugsweise von etwa 0,1% bis etwa 5 Gew.-% der Zusammensetzung verwendet.

2 Herstellung von festem partikulären, granulären Textilweichmacher

[0146] Die Granulate können durch Herstellen einer Schmelze, Verfestigen durch Abkühlen und anschließendes Zerkleinern und Sieben auf die gewünschte Größe gebildet werden. In einer Drei-Komponenten-Mischung, z. B. einem nichtionischen Tensid, einem kationischen, einfach-langkettigen DEQA, ist es bei der Bildung der Granulate stärker bevorzugt, das nichtionische Tensid und die stärker lösliche kationische, einzel-langkettige Alkylverbindung vor dem Mischen in einer Schmelze der kationischen Diester, Ammoniumverbindung vorzumischen.

[0147] Es ist stark bevorzugt, dass die primären Teilchen der Granulate einen Durchmesser von etwa 50 bis etwa 1000, vorzugsweise von etwa 50 bis etwa 400, stärker bevorzugt von etwa 50 bis etwa 200 µm aufweisen. Die Granulate können kleinere und größere Teilchen umfassen, doch liegen vorzugsweise etwa 85% bis etwa 95%, stärker bevorzugt von etwa 95% bis etwa 100% innerhalb der angegebenen Bereiche. Kleinere und größere Teilchen stellen keine optimalen Emulsionen/Dispersionen bereit, wenn sie in Wasser gegeben werden. Andere Verfahren zur Herstellung der primären Teilchen können angewandt werden, darin eingeschlossen die Sprühkühlung der Schmelze. Die primären Teilchen können zur Bildung eines staubfreien, nichtklebrigen, frei fließenden Pulvers agglomeriert werden. Die Agglomeration kann in einer herkömmlichen Agglomerationsanlage (nämlich einem Zig-Zag-Mischer von Lödige) mittels eines wasserlöslichen Bindemittels erfolgen. Beispiele für wasserlösliche Bindemittel, die in dem oben stehenden Agglomerationsverfahren nützlich sind, schließen Glycerol, Polyethylenglykole, Polymere, wie PVA, Polyacrylate und natürliche Polymere wie Zucker ein.

[0148] Die Fließfähigkeit der Granulate kann durch Behandeln der Oberfläche der Granulate mit Fließverbesserern, wie Ton, Silica- oder Zeolithteilchen, wasserlöslichen, anorganischen Salzen, Stärke etc. verbessert werden.

3. Anwendungsverfahren

[0149] Wasser kann den partikulären, festen, granulären Zusammensetzungen zur Bildung verdünnter oder konzentrierter flüssiger Weichmacherzusammensetzungen für die spätere Hinzufügung zum Spülzyklus des Wäschewaschverfahrens mit einer Konzentration der biologisch abbaubaren kationischen Weichmacherverbindung von etwa 0,5% bis etwa 50%, vorzugsweise von etwa 1% bis etwa 35%, stärker bevorzugt von etwa 4% bis etwa 32% zugegeben werden. Die partikuläre, dem Spülgang hinzugebende feste Zusammensetzung (1) kann ebenfalls direkt im Spülbad verwendet werden, um eine ausreichende Gebrauchskonzentration vorzusehen (z. B. von etwa 10 bis etwa 1000 ppm, vorzugsweise von etwa 50 bis etwa 500 ppm des gesamten Weichmacherwirkstoffbestands). Die flüssigen Zusammensetzungen können dem Spülgang zur Vorsehung derselben Gebrauchskonzentrationen zugesetzt werden.

[0150] Die Wassertemperatur für die Herstellung sollte etwa 20°C bis etwa 90°C, vorzugsweise von etwa 25°C bis etwa 80°C betragen. Kationische einzel-langkettige Alkyl-Tenside als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel in einem Anteil von 0% bis etwa 15%, vorzugsweise von etwa 3% bis etwa 15%, stärker

ker bevorzugt von etwa 5% bis etwa 15% des Gewichts der Zusammensetzung sind für die feste Zusammensetzung bevorzugt. Nichtionische Tenside in einem Anteil von etwa 5% bis etwa 20 %, vorzugsweise von etwa 8% bis etwa 15%, sowie Mischungen dieser Mittel können ebenfalls wirksam als Viskositäts-/Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel dienen.

[0151] Die emulgierten/dispergierten Teilchen, die gebildet werden, wenn die Granulate zu Wasser hinzugegeben werden unter Bildung wässriger Konzentrate, besitzen typischerweise eine durchschnittliche Teilchengröße von weniger als etwa 10 µm, vorzugsweise weniger als etwa 2 µm, und stärker bevorzugt von etwa 0,2 bis etwa 2 µm, damit eine wirksame Abscheidung auf Textilien erzielt wird. Der Ausdruck "durchschnittliche Teilchengröße" im Kontext dieser Patentbeschreibung bedeutet eine zahlenmittlere Teilchengröße, d. h. mehr als 50% der Teilchen haben einen geringeren Durchmesser als die spezifizierte Größe.

[0152] Die Teilchengröße für die emulgierten/dispergierten Teilchen wird mit Hilfe beispielsweise eines Malvern-Teilchengrößen-Analysengeräts ermittelt.

[0153] In Abhängigkeit von der jeweiligen Auswahl des nichtionischen und kationischen Tensids kann es in bestimmten Fällen bei Verwendung der Feststoffe zur Herstellung der Flüssigkeit wünschenswert sein, ein wirksames Mittel zum Dispergieren und Emulgieren der Teilchen (z. B. einen Mischer) einzusetzen.

[0154] Feste, partikuläre Zusammensetzungen, die zur Herstellung flüssiger Zusammensetzungen verwendet werden, kann wahlweise Elektrolyte, Duftstoff, Antischäumungsmittel, Fließhilfsmittel (z. B. Silica), Farbstoff, Konservierungsmittel und/oder andere hierin zuvor beschriebene optionale Bestandteile enthalten.

[0155] Die Vorteile der Zugabe von Wasser zu der teilchenförmigen festen Zusammensetzung zur Bildung wässriger Zusammensetzungen, die dem Spülbad später hinzugegeben werden, schließen die Fähigkeit zum Transport von weniger Gewicht, wodurch die Verfrachtung wirtschaftlicher gemacht wird, und die Fähigkeit zur Bildung flüssiger Zusammensetzungen ähnlich denjenigen, die normalerweise an Verbraucher vertrieben werden, z. B. jene, die hierin beschrieben werden, bei einem geringeren Energieaufwand (d. h. weniger Scherung und/oder niedrigere Temperatur) ein. Darüber hinaus stellen die partikulären, granulären festen Textilweichmacherzusammensetzungen, wenn sie direkt an die Verbraucher vertrieben werden, geringere Anforderungen an die Verpackung und haben kleinere, entsorgbarere Behälter. Die Verbraucher geben dann die Zusammensetzungen in zur Verfügung stehende, permanentere Behälter und geben Wasser zur Vorverdünnung der Zusammensetzungen hinzu, die dann für die Anwendung im Spülbad bereit stehen, genauso wie die hierin beschriebenen flüssigen Zusammensetzungen. Die flüssige Form ist leichter zu handhaben, da sie das Abmessen und Abfüllen vereinfacht.

[0156] In der Patentbeschreibung und den hierin beschriebenen Beispiele sind alle Prozentangaben, Verhältnisse und Teileangaben gewichtsbezogen, wenn nichts anderes ausdrücklich angegeben ist, und alle in Zahlen ausgedrückte Grenzen sind normale Annäherungen.

[0157] Die folgenden Beispiele veranschaulichen die vorliegende Erfindung, schränken diese aber nicht ein. Fünf unterschiedliche Duftstoffzusammensetzungen werden in den nachstehenden Beispielen verwendet. Die Duftstoffe A und B sind Beispiele für beständige Duftstoffzusammensetzungen dieser Erfindung. Die Vergleichs-Duftstoffe C, D und E sind nicht beständige Duftstoffzusammensetzungen, die außerhalb des Umfangs dieser Erfindung liegen.

Duftstoff A

<u>Duftstoffbestandteile</u>	<u>Ungefähr</u>		
	<u>B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>	<u>Gew.-%</u>
Benzylsalicylat	300	4,383	20
Ethylenbrassylat	332	4,554	20
Galaxolid – 50 % (a)	+300	5,482	20
Hexylzimtaldehyd	305	5,473	20
Tetrahydrolinalool	191	3,517	<u>20</u>
		Gesamt	100

(a) Eine 50 %ige Lösung in Benzylbenzoat. Der Duftstoff A enthält etwa 80 % an beständigen Duftstoffkomponenten mit einem BP > 250°C und ClogP > 3,0.

Duftstoff B

<u>Duftstoffbestandteile</u>	Ungefähr <u>B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>	<u>Gew.-%</u>
Benzylacetat	215	1,960	4
Benzylsalicylat	300	4,383	12
Coumarin	291	1,412	4
Ethylenbrassylat	332	4,554	10
Galaxolid – 50 % (a)	+300	5,482	10
Hexylzimtaldehyd	305	4,853	20
Lilial	258	3,858	15
Methyldihydroisjasmonat	+300	3,009	5
gamma-n-Methylionon	252	4,309	10
Patchoulialkohol	283	4,530	4
Tetrahydrolinalool	191	3,517	6
Gesamt			100

(a) verwendet als 50 %ige Lösung in Isopropylmyristat, das in der Zusammensetzung nicht gezählt wird. Der Duftstoff B enthält etwa 86 % an beständigen Duftstoffkomponenten mit einem BP > 250°C und ClogP > 3,0.

Vergleichs-Duftstoff C

<u>Duftstoffbestandteile</u>	Ungefähr <u>B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>	<u>Gew.-%</u>
Benzylacetat	215	1,960	20
laevo-Carvon	231	2,083	20
Dihydromyrcenol	208	3,030	20
Hydroxycitronellal	241	1,541	20
Phenylethylalkohol	220	1,183	20
Gesamt			100

[0158] Der Vergleichs-Duftstoff C enthält etwa 80% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen mit einem BP < 250°C und ClogP < 3,0.

Vergleichs-Duftstoff D

<u>Duftstoffbestandteile</u>	Ungefähr <u>B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>	<u>Gew.-%</u>
Eugenol	253	2,307	20
iso-Eugenol	266	2,547	20
Fenchylalkohol	200	2,579	20
Methyldihydrojasmonat	+300	2,319	20
Vanillin	285	1,580	20
Gesamt			100

[0159] Der Vergleichs-Duftstoff D enthält etwa 80% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen mit einem BP

> 250°C und ClogP < 3,0.

Vergleichs-Duftstoff E

<u>Duftstoffbestandteile</u>	Ungefähr		
	<u>B.P. (°C)</u>	<u>ClogP</u>	<u>Gew.-%</u>
iso-Bornylacetat	227	3,485	20
para-Cymol	179	4,068	20
d-Limonen	177	4,232	20
gamma-n-Methylionon	252	4,309	20
Tetrahydromyrcenol	200	3,517	<u>20</u>
		Gesamt	100

[0160] Der Vergleichs-Duftstoff E enthält etwa 80% an nicht beständigen Duftstoffbestandteilen mit einem BP < 250°C und ClogP > 3,0.

Beispiele I und II

	I	II
<u>Komponenten</u>	<u>Gew.-%</u>	<u>Gew.-%</u>
Quat. Esterverbindung ⁽¹⁾	10,1	10,1
Duftstoff A	0,45	--
Duftstoff B	--	0,45
HCl (25 %)	0,06	0,06
CaCl ₂ (25 %)	0,06	0,06
Entionisiertes Wasser	Rest	Rest

(1) Di(weich-talg-oyl-oxyethyl)dimethylammoniumchlorid, bei dem die Fettacylgruppen von Fettsäuren mit einer IV von etwa 55 % Ungesättigtheit von etwa 53,1 und einem C₁₈-cis/trans-Isomerverhältnis von etwa 8,2 (% cis-Isomer etwa 40,0 und % trans-Isomer etwa 4,9) abgeleitet sind; der Diester schließt Monoester in einem Gewichtsverhältnis Diester zu Monoester von etwa 11 : 1; 86 % Feststoff in Ethanol, ein.

Beispiele I und II-Verfahren

[0161] Etwa 0,6 g einer HCl-Lösung (25%) wird zu etwa 893 g entionisiertem Wasser, vorerwärmt auf etwa 66°C in einem nichtrostenden Stahlmischtank, hinzugegeben. Die Wasserauflage wird mit einem IKA-Mischer (Modell RW 20 DZM®) mit etwa 1500 U/min unter Verwendung eines Impellers mit Schaufeln von etwa 5,1 cm Durchmesser gemischt. Etwa 101 g quaternäre Ester-Ammoniumverbindung, enthaltend etwa 86% Di(weich-talg-oyl-oxyethyl)dimethylammoniumchlorid in Ethanol, vorerwärmt auf etwa 66°C, werden danach langsam auf die Wasserauflage gegeben. Etwa 0,6 g einer 25%igen CaCl₂-Lösung wird hinzugegeben und die Mischung wird mit Hilfe eines IKA Ultra Turrax T-500® -Hochschermischers (mit etwa 10.000 U/min) etwa 5 Minuten lang gemahlen. Die Mischung wird während des Mischens gekühlt, und es werden etwa 4,5 g Duftstoff hinzugefügt, wenn die Mischungstemperatur etwa 30°C erreicht.

Beispiele III–IV

Zusammensetzung	III	IV
<u>Komponenten</u>	<u>Gew.-%</u>	<u>Gew.-%</u>
Hydroxyethylester Quat ⁽¹⁾	9,80	--
Propylester Quat ⁽²⁾	--	8,67
Ethanol	--	1,20
HCl (25 %)	0,05	0,06
Duftstoff A	0,40	--
Duftstoff B	--	0,45
Farbstofflösung	0,08	--
Kathon (1,50 %)	0,02	0,02
CaCl ₂ (25 %)	0,06	0,06
Entionisiertes Wasser	Rest	Rest

(1) Di(talg-oyl-oxyethyl) (2-Hydroxyethyl)methylammoniummethylsulfat, 85 % aktiv in Ethanol

(2) 1,2-Di(gehärtetes talg-oyl-oxy)-3-trimethylammoniopropanchlorid.

Beispiel III - Verfahren

[0162] Etwa 0,5 g einer HCl-Lösung (25%) werden zu etwa 896 g entionisiertem Wasser, das auf etwa 70°C in einem nichtrostenden 1,5-Liter-Stahlmischtank vorerwärmt wurde, hinzugegeben. Diese "Wasserauflage" wird mit einem IKA-Mischer (Modell RW 25[®]) mit etwa 1000 U/min unter Verwendung eines Impeilers mit Schaufeln von etwa 5,1 cm Durchmesser gemischt. Etwa 98 g Stepanquat 6585-ET[®], enthaltend 85% Hydroxyethylester quat. in Ethanol, vorerwärmt auf etwa 70°C, werden danach langsam auf die Wasserauflage gegeben durch Injektion an den Impellerschaufeln mittels einer Peristaltikpumpe. Die Mischung wird während des Mischens gekühlt, und es werden etwa 4 g Duftstoff, etwa 0,2 g einer 1,5 %igen Kathon[®]-Lösung und etwa 0,8% einer Farbstofflösung zugesetzt, wenn die Mischungstemperatur etwa 45°C erreicht. Etwa 0,6 g einer 25%igen CaCl₂ werden zugesetzt, wenn die Mischungstemperatur etwa 27°C erreicht. Das Mischen wird unterbrochen, wenn die Chagentemperatur etwa 24°C erreicht.

Beispiel IV - Verfahren

[0163] Etwa 0,6 g einer HCl-Lösung (25%) werden zu etwa 895 g entionisiertem Wasser, das auf etwa 74°C in einem nichtrostenden 1,5-Liter-Stahlmischtank vorerwärmt wurde, hinzugegeben. Die Wasserauflage wird mit einem IKA-Mischer (Modell RW 20 DZM) mit etwa 1000 U/min unter Verwendung eines Impellers mit Schaufeln von etwa 5,1 cm Durchmesser gemischt. Die Mischung wird gleichzeitig gemahlen. Eine Mischung von etwa 86,7 g des Propylester quat. und 12 g Ethanol, vorerwärmt auf etwa 82°C, wird danach langsam auf die Wasserauflage gegeben und an den Impellerschaufeln mittels eines Schwerkraft-Zuführ-Tropftrichters injiziert. Die U/min des Mixers werden auf etwa 1500 U/min während dieser Zugabe erhöht. Etwa 0,3 g einer CaCl₂-Lösung (25%) werden zur Verringerung der Viskosität der Mischung zugegeben und die U/min des Mixers werden auf etwa 1000 U/min herabgesetzt. Etwa 0,2 g einer 1,5%igen Kathon-Lösung werden zugegeben. Die Mischung wird in einem Eiswasserbad gekühlt, während immer noch gemischt wird. Die Mühle wird an diesem Punkt abgeschaltet. Weitere 0,3 g der 25 %igen CaCl₂-Lösung werden hinzugegeben, wenn die Mischungstemperatur etwa 27°C erreicht. Der Duftstoff wird dann unter Mischen zugesetzt.

Beispiele V und VI

Komponenten	V Gew.-%	VI Gew.-%
Diester Verbindung ⁽¹⁾	30,6	30,6
Salzsäure	0,018	0,0082
Citronensäure	--	0,005
Liquitint® Blau 651 Farbstoff (1 %)	0,27	0,27
Duftstoff A	1,35	--
Duftstoff B	--	1,35
Tenox® 6	0,035	--
Irganox® 3125	--	0,035
Kathon® (1,5 %)	0,02	0,02
DC-2210 Antischaummittel (10 %)	0,15	0,15
CaCl ₂ -Lösung (15 %)	4,33	3,33
Entionisiertes Wasser	Rest	Rest

pH-Wert = 2,8 - 3,5

Viskosität = 35 – 60 cps.

(1) Di(weich-talg-oyl-oxyethyl)dimethylammoniumchlorid von Beispiel I.

Beispiele V und VI - Verfahren

[0164] Die oben stehenden Zusammensetzungen V und VI werden durch das folgende Verfahren hergestellt:

1. Separat wird die Diester Verbindung-Vormischung mit dem Tenox® 6 (oder Irganox® 3125) und die Wasserauflage, die HCl, Citronensäure (sofern verwendet) und Antischaumungsmittel enthält, auf 74°C erwärmt (Anmerkung: für die Zusammensetzung VI kann die Citronensäure HCl total ersetzen, sofern gewünscht);
2. Die Diester Verbindung-Vormischung wird in die Wasserauflage über eine Zeitspanne von etwa 5–6 Minuten gegeben. Während der Injektion wird die Charge sowohl gemischt (etwa 600–1000 U/min) und gemahlen (etwa 8000 U/min mit einer IKA Ultra Turrax T-50-Mühle).
3. Etwa 500 ppm CaCl₂ werden ungefähr über die halbe Strecke der Injektion zugegeben.
4. 2000 ppm CaCl₂ werden über etwa 2–7 Minuten (etwa 200–2500 ppm/min) unter Mischen bei etwa 800–1000 U/min zugegeben, nachdem die Vormischungsinjektion bei etwa 65°–74°C abgeschlossen ist.
5. Duftstoff wird über einen Zeitraum von 30 Sekunden bei etwa 40°C zugegeben.
6. Farbstoff und Kathon wird zugesetzt und etwa 30–60 Sekunden lang gemischt. Die Charge wird auf etwa 21–27°C gekühlt.
7. 2500 ppm bis 4000 ppm CaCl₂ werden der gekühlten Charge zugegeben und gemischt.

Vergleichsbeispiele VII, VIII und IX

[0165] Die Zusammensetzungen der Vergleichsbeispiele VII, VIII und IX werden in ähnlicher Weise wie in Beispiel V hergestellt, mit der Ausnahme, dass die Vergleichs-Duftstoffe C, D bzw. E an Stelle des Duftstoffs A verwendet werden.

[0166] Das Folgende repräsentiert den Duftstoffvorteil der vorliegenden Erfindung. Fünf Wäscheladungen, jeweils bestehend aus ungefähr 6 lbs (etwa 2,75 kg) Kleidungsstücken, werden mit etwa 66 g unparfümiertem Tide® Ultra-Reinigungsmittel gewaschen und mit etwa 20 gal. (etwa 77,5 Liter) Wasser (ungefähr 10 g Härte) gespült, wobei das Spülwasser eine Temperatur von etwa 65°F (etwa 18°C) besitzt. Zu Beginn des Spülzyklus werden etwa 30 g der Zusammensetzungen der Beispiele V, VI und der Vergleichsbeispiele VII, VIII und IX der Spülflüssigkeit zugesetzt, jeweils eine Zusammensetzung auf eine Ladung. Im Anschluss werden die Kleidungsstücke entweder maschinetrocknet über einen Zeitraum von etwa 50 Minuten (normale Einstellung) oder über einen Zeitraum von 16 Stunden bei Raumtemperatur auf der Wäscheleine getrocknet. Analysen der resultierenden Textilien zeigen, dass die mit den Zusammensetzungen der Beispiele V oder VI behandelten

Kleidungsstücke im Wesentlichen mehr Duftstoff zurückhalten als die mit den Zusammensetzungen der Vergleichsbeispiele VII, VIII oder IX behandelten. Darüber hinaus besitzen die Zusammensetzungen der Beispiele V und VI, wenn sie unter den gleichen Bedingungen gelagert werden, eine bessere Viskositätsstabilität im Vergleich zu jenen der Vergleichsbeispiele VII, VIII und IX.

Beispiele X und XI
Feste, partikuläre Zusammensetzungen

<u>Komponenten</u>	<u>X</u> <u>Gew.-%</u>	<u>XI</u> <u>Gew.-%</u>
Ester Quat. Verbindung ⁽¹⁾	88	85,5
Ethoxylierter Fettalkohol ⁽²⁾	6	--
Kokosnusscholinesterchlorid	--	8
Duftstoff A	3,5	--
Duftstoff B	--	4
Weinsäure	1	--
Citronensäure	--	0,25
Nebenbestandteile (Antischaummittel etc.)	1	1
Elektrolyt	1,5	1,25
	100	100

(1) Ester quat. Verbindung von Beispiel II.

(2) C₁₆-C₁₈E₁₈.

Beispiele X und XI - Verfahren

[0167] Eine geschmolzene quat. Esterverbindung wird mit geschmolzenem ethoxyliertem Fettalkohol oder geschmolzenem Kokosnusscholinesterchlorid gemischt. Die anderen Materialien werden danach unter Verühren dazugemischt. Die Mischung wird gekühlt und durch Schütten auf eine Metallplatte erstarren gelassen und danach gemahlen und gesiebt.

Patentansprüche

1. Dem Spülgang zuzugebende Textilweichmacherzusammensetzung, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus:

I. einer festen partikulären Zusammensetzung, umfassend:

(A) 50 bis 95 Gew.-% einer biologisch abbaubaren, kationischen, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung;

(B) 0,01 bis 15 Gew.-% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) wahlweise, 0 bis 30 Gew.-% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels; und

(D) wahlweise, 0 bis 15 Gew.-% eines pH-Modifikationsmittels; und

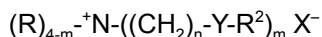
II. einer flüssigen Zusammensetzung, umfassend:

(A) 0,5 bis 80 Gew.-% einer biologisch abbaubaren kationischen Textilweichmacherverbindung,

(B) 0,01% bis 10%, vorzugsweise 0,05% bis 8%, noch bevorzugter 0,1% bis 6%, und noch weiter bevorzugt 0,15% bis 4 Gew.-% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;

(C) wahlweise, 0% bis 30 Gew.-% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels; und

(D) dem Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus: Wasser, einwertigem C₁₋₄-Alkohol; mehrwertigem C₂₋₆-Alkohol; Propylencarbonat; flüssigen Polyethylenglykolen; und Mischungen davon; und wobei der beständige Duftstoff mindestens 70, vorzugsweise mindestens 75, noch bevorzugter mindestens 80 und noch weiter bevorzugt 85 Gew.-% an Komponenten mit einem berechneten ClogP Octanol/Wasser-Verteilungskoeffizienten $\geq 3,0$ und einem Siedepunkt von 2250°C, vorzugsweise besitzt; und wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel die Viskosität, Dispergierfähigkeit oder beides, der biologisch abbaubaren, kationischen Textilweichmacherverbindung, vorzugsweise kationischen Textilweichmacherverbindung der Formel beeinflusst:



wobei jedes Y ein -O-(O)C- oder -C(O)-O- ist; m 2 oder 3 ist; n 1 bis 4 ist; jedes R eine C₁-C₅-Alkylgruppe, Hydroxyalkylgruppe, Benzylgruppe, oder Mischungen davon ist; jedes R² ein C₁₂-C₂₂-Hydrocarbyl- oder substituierter Hydrocarbylsubstituent ist; und X⁻ ein weichmacherkompatibles Anion ist, und die quaternäre Ammoniumverbindung vorzugsweise abgeleitet ist aus C₁₂-C₂₂-Fettacylgruppen, mit einer Iodzahl von größer als 5 bis kleiner als 100, einem cis/trans-Isomerengewichtsverhältnis von größer als 30/70, wenn die Iodzahl kleiner als 25 ist, der Grad der Ungesättigtheit der Fettacylgruppen geringer als 65 Gew.-% ist.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus einem kationischen einzel-langkettigen C₁₀-C₂₂-Alkyl-Tensid; nichtionischen Tensid mit mindestens 8 Ethoxyeinheiten; Aminoxidentensid; und Mischungen davon.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel ein kationisches einzel-langkettiges Alkyl-Tensid ist, vorzugsweise ein quaternäres Ammoniumsalz der allgemeinen Formel:



wobei die R²-Gruppe eine C₁₀-C₂₂-Kohlenwasserstoffgruppe ist, oder die korrespondierende Esterbindung, unterbrochen von einer kurzen Alkylen (C₁-C₄)-Gruppe zwischen der Esterbindung und dem N, und besitzend eine ähnliche Kohlenwasserstoffgruppe, jedes R eine C₁-C₄-Alkyl- oder substituierte Alkylgruppe ist, oder Wasserstoff; und das Gegenion X⁻ ein weichmacherkompatibles Anion ist, noch bevorzugter C₁₂-C₁₄-Cholinester, wobei das kationische Tensid vorzugsweise in einer wirksamen Menge von bis zu 15 Gew.-% der Zusammensetzung vorliegt.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel ein nichtionisches Tensid ist, vorzugsweise ein C₁₀₋₁₄-Alkohol mit Poly (10-18)-ethoxylat, in einer wirksamen Menge von bis zu 20 Gew.-% der Zusammensetzung.

5. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel ein Aminoxid ist mit einer Alkyl- oder Hydroxyalkyleinheit von 8 bis 22 Kohlenstoffatomen und zwei Alkyleinheiten, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Alkylgruppen und Hydroxyalkylgruppen, enthaltend 1 bis etwa 3 Kohlenstoffatome.

6. Zusammensetzung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Zusammensetzung eine feste partikuläre Zusammensetzung ist, umfassend:

- (A) 60 bis 90 Gew.-% einer biologisch abbaubaren, kationischen, vorzugsweise Diester, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung;
- (B) 0,05 bis 8 Gew.-% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;
- (C) 3 bis 15 Gew.-% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels; und
- (D) wahlweise 0 bis 10 Gew.-% eines pH-Modifikationsmittels.

7. Zusammensetzung nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Zusammensetzung eine flüssige Zusammensetzung ist, umfassend:

- (A) 1 bis 35 Gew.-% einer biologisch abbaubaren, quaternären Ammonium-Textilweichmacherverbindung;
- (B) 0,05 bis 6 Gew.-% einer beständigen Duftstoffzusammensetzung;
- (C) 0,5 bis 10 Gew.-% eines Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittels, wobei das Dispergierfähigkeitsmodifikationsmittel die Viskosität der Zusammensetzung, die Dispergierfähigkeit in einem Waschverfahrenspülgang, oder beides beeinflusst; und
- (D) den Rest, umfassend einen flüssigen Träger, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Wasser; einwertigen C₁-C₄-Alkoholen; mehrwertigen C₂-C₆-Alkoholen, Propylencarbonat; flüssigen Polyalkylenglykolen; und Mischungen davon.

8. Zusammensetzung nach irgendeinem der Ansprüche 1–7, wobei die beständige Duftstoffzusammensetzung mindestens 70 Gew.-% an Materialien enthält, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus: Allylcyclohexanpropionat; Ambrettolid; Amylbenzoat; Amylcinnamat; Amylzimtaldehyd; Amylzimtaldehyddimethylacetal; Isoamylsalicylat; Aurantiol; Benzophenon; Benzylsalicylat; para-tert-Butylcyclohexylacetat; Isobutylchinolin, beta-Caryophyllen; Cadinen; Cedrol; Cedrylacetat; Cedrylformiat; Cinnamylcinnamat; Cyclohexylsalicylat; Cyclohexenaldehyd; Dihydroisojasmonat; Diphenylmethan; Diphenyloxid; Dodecalacton; Iso E Super; Ethylenbras-

sylat; Ethylmethylphenylglycidat; Ethylundecylenat; Exaltolid; Galaxolid; Geranylanthranilat; Geranylphenylacetat; Hexadecanolid; Hexenylsalicylat; Hexylzimtaldehyd; Hexylsalicylat; alpha-Iron; Lilial (p-t-Bucinal); Linalylbenzoat; 2-Methoxynaphthalen; Methylidihydrojasmon; gamma-n-Methylionon; Moschus-Indanon; Moschus-Keton; Moschus-Tibetin; Myristicin; Oxahexadecanolid-10; Oxahexadecanolid-11; Patchoulialkohol; Phantolid; Phenylethylbenzoat; Phenylethylphenylacetat; Phenylheptanol; Phenylhexanol; alpha-Santalol; Thibetolid; delta-Undecalacton; gamma-Undecalacton; Vetiverylacetat; Yarayara; Ylangen; und Mischungen davon.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen