(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 188 242 B1**

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **13.03.91**

(51) Int. Cl.5: **C11D 1/835**, C11D 1/52, C11D 3/32, D06M 13/46

(21) Anmeldenummer: **86100273.1**

(22) Anmeldetag: **10.01.86**

(54) **Wässriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel.**

(30) Priorität: **18.01.85 DE 3501521**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
23.07.86 Patentblatt 86/30

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
13.03.91 Patentblatt 91/11

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI NL

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 056 695
EP-A- 0 060 003
EP-A- 0 085 933
FR-A- 2 040 418

CHEMICAL ABSTRACTS, Band 103, Nr. 10, September 1985, Seite 90, Zusammenfassung Nr. 72894n, Columbus, Ohio, US; & ES-A-523 600 (SOCIEDAD ANON. CAMP FABRICA DE JABONES) 01-11-1984

(73) Patentinhaber: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
W-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)

(72) Erfinder: **Nüsslein, Hans, Dr.**
Ludwig-Wolker-Strasse 25
W-4018 Langenfeld(DE)
Erfinder: **Völkel, Theodor**
Sudetenstrasse 36
W-4000 Düsseldorf(DE)
Erfinder: **Puchta, Rolf, Dr.**
Schubertweg 1
W-5657 Haan 1(DE)

EP 0 188 242 B1

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

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein wäßriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit besonders guter Verteilbarkeit in Wasser.

Wäßrige Textilweichmachungsmittel, die zur Nachbehandlung frisch gewaschener Wäsche in der Regel dem letzten Spülbad des Waschprozesses in einer automatischen Waschmaschine zugegeben werden, enthalten etwa 3 bis etwa 6 % textilweichmachende Wirkstoffe. Hierbei handelt es sich meist um weitgehend wasserunlösliche quartäre Ammoniumverbindungen mit 2 langen Resten im Molekül. Zu den wirksamsten Verbindungen dieses Typs gehört das in großem Umfang eingesetzte Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid. In jüngster Zeit sind außer diesen Textilweichmachungsmitteln mit einem verhältnismäßig niedrigen Wirkstoffgehalt auch sogenannte Konzentrate bekannt geworden, die den Vorteil haben, eine größere Wirkstoffmenge im gleichen Volumen aufzuweisen. Derartige Weichspülerkonzentrate enthalten etwa 10 bis 15 % textilweichmachende Wirkstoffe. Besonders hoch konzentrierte Textilweichmacher enthalten sogar etwa 50 Gew.-% an textilweichmachenden Wirkstoffen. Beispiele für derart hochkonzentrierte wäßrige Textilweichmachungsmittel sind die Produkte der DE-OS 33 14 677. Beim Gebrauch werden die Konzentrate entweder auf die übliche Wirkstoffkonzentration von ca. 3 bis ca. 6 % mit Wasser verdünnt, oder es werden entsprechend geringere Mengen der konzentrierten Textilweichmachungsmittel dem letzten Spülwasser zugesetzt. Sowohl beim Verdünnen der Textilweichmacherkonzentrate als auch beim Einspülen der Konzentrate in das Spülwasser werden an die Verteilbarkeit der Konzentrate im Wasser hohe Ansprüche gestellt. Zur Verbesserung der Verteilbarkeit in Wasser enthalten daher die Textilweichmacherkonzentrate Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw. Hilfsmittel und Viskositätsregulatoren, die unterschiedlichsten Stoffklassen angehören. Im allgemeinen tragen diese Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw. Hilfsstoffe ihrerseits nicht zur Weichmachung der Textilien bei und sind daher als Ballaststoffe anzusehen. Es ist daher immer wieder versucht worden, mit einem Minimum an derartigen nichtweichmachenden Hilfsmitteln in Weichspülmitteln auszukommen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß in bestimmter Weise zusammengesetzte Weichmachungsmittel, die nahezu oder vollständig frei sind von nichttextilweichmachenden Hilfsmitteln, bei ausgezeichneter weichmachender Wirkung besonders gute Verteilbarkeit in Wasser aufweisen. Diese gute Verteilbarkeit wirkt sich nicht nur bei der Anwendung der Weichmachungsmittel im Wasch- bzw. Nachbehandlungsprozess aus, sondern es wird auch eine besonders einfache Herstellung damit gewährleistet. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein wäßriges, konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhältlich durch Vermischen einer Schmelze aus

a) der quartären Ammoniumverbindung,

b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und

c) einem dispergierend wirkenden C_8-C_{22}-Alkyl/Alkenylaminpolyglykolether

d) 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend wirkendem Polyglykolether (Polyethylenglykol) mit einem Molgewicht von 200 bis 600 und

e) textilweichmachendem Fettsäureester, vorzugsweise Fettsäureglycerinester und insbesondere einen Trifettsäureglycerinester in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-%, bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duftund Farbstoffen und anschließendem Abkühlen, vorliegt.

Als quartäre Ammoniumverbindungen eignen sich vor allem solche mit zwei langkettigen, gesätigten oder ungesättigten aliphatischen Gruppen mit je 14 bis 26, insbesondere im wesentlichen 16 bis 20, Kohlenstoffatomen und wenigstens einem quartären Stickstoffatom im Molekül. Die langkettigen aliphatischen Gruppen können geradkettig oder verzweigt sein und dementsprechend von Fettsäuren, bzw. von Fettaminen, Guerbetaminen oder aus den durch Reduktion von Nitroparaffinen erhältlichen Alkylaminen abstammen. Die aliphatischen Gruppen können auch Ester-, Ether- oder Amidgruppen enthalten. Geeignete quartäre Ammoniumverbindungen können sich vom Ammoniak ableiten, d. h. man erhält derartige Verbindungen durch Alkylierung von langkettigen sekundären oder tertiären Aminen. Beispiele für derartige Quartärverbindungen sind Distearyldimethylammoniumchlorid bzw. Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Dioleyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Ditalgalkylmethylhydroxyethylammoniumchlorid oder -methosulfat oder Ditalgalkylmethylhydroxypropylammoniumchlorid oder -methosulfat bzw. die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an die genannten Hydroxyalkal-Derivate. Andere geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die durch Umsetzung von 1 Mol eines Aminoalkylethylendiamins oder Hydroxyalkylethylendiamins mit 2 Mol einer langkettigen C_{14}-C_{26}-Fettsäure oder deren Ester erhältlichen Imidazolinverbindungen, die anschließend durch Alkylierung in die quartären Imidazoliniumverbindun-

gen übergeführt werden. In allen diesen quartären Ammoniumverbindungen besteht das Anion im allgemeinen aus dem Säurerest, der in dem zur Quaternierung verwendeten Alkylierungsmittel enthalten ist. Beispielsweise kommt als Anion daher Chlorid, Bromid, Methylsulfat, Ethylsulfat, Methan-, Ethan- oder Toluolsulfonat in Frage. Gute Resultate werden auch erhalten, wenn die quartären Ammoniumverbindungen Gemische von Imidazolin-Derivaten und von Ammoniak-Derivaten mit je zwei C_{14}-C_{26}-Alkyl- oder Alkenylgruppen darstellen. Ebenfalls gut geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die quaternierten Veresterungsprodukte von 1 Mol Methyldiethanolamin oder Methyldipropanolamin oder insbesondere Methyldiisopropanolamin mit 2 Mol einer C_8-C_{22}-Monocarbonsäure.

Bei den als Bestandteil b) geeigneten Kondensationsproduten handelt es sich um die aus der DE-AS 19 22 047 bekannten Produkte, die durch Umsetzen eines natürlichen Fetts, d. h. eines Trifettsäureglycerids aus Fettsäuren, die 8 bis 24 Kohlenstoffatome enthalten und zu wenigstens 50 Gew.-% aus solchen mit 16 oder mehr Kohlenstoffatomen pro Fettsäurerest bestehen, mit einem Hydroxyalkylpolyamin, das wenigstens eine Hydroxyethyl-, Hydroxypropyl- oder Dihydroxypropylgruppe und wenigstens 2 an Stickstoff-gebundene Wasserstoffatome besitzt, mit der Maßgabe, daß bei dieser Umsetzung, bezogen auf 1 Mol des Hydroxyalkylpolyamins, für jede darin vorhandene primäre und sekundäre Aminogruppe und jede Hydroxylgruppe 1/3 mol des Trifettsäureglycerids zur Umsetzung gelangt sind, hergestellt werden. Diese Kondensationsprodukte sind Bestandteile einer Wirkstoffkomponente für Wäschenachspülmittel. Der zweite Teil dieser Wirkstoffkomponente besteht aus quartären textilweichmachenden und/oder antimikrobiellen Ammoniumverbindungen. Die Wäschenachspülmittel der DE-AS 19 22 047 mit der genannten Wirkstoffkombination zeichnen sich durch eine hervorragende Kältestabilität aus. Beispiele für die genannten Hydroxyalkylpolyamine sind Hydroxyethylethylendiamin, Dihydroxyethylethylendiamin, Hydroxyethyldiethylentriamin, Hydroxypropyldiethylentriamin. Die im folgenden der Einfachheit halber "Kondensationsprodukte" genannten Verbindungen stellen Gemische verschiedener Verbindungen dar. Außer Monoamiden, Diamid und Diamidester enthalten sie 10 bis 30 Gew.-% Fettsäureteilglyceride (Mono- und Difettsäureglyceride). Die Fettsäurekondensationsprodukte können als Reaktionsnebenprodukt auch Trifettsäureglyceride, freie Fettsäuren, freies Amin und Glycerin enthalten.

Bei den C_8-C_{22}-Alkyl-/Alkenylaminpolyglykolethern (Bestandteil c) der erfindungsgemäßen Weichspülmittel), die im folgenden Fettaminpolyglykolether genannt werden, handelt es sich um Verbindungen, deren Fettalkyl-oder Fettalkenyl-Rest 8 bis 22, vorzugsweise 16 bis 18, Kohlenstoffatome enthält. Die Verbindungen enthalten 1 oder 2 Polyglykoletherreste, die sich von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid ableiten. Die Anzahl der Alkylenoxidgruppen im Molekül beträgt vorzugsweise 2 bis 50 und insbesondere 25. Besonders gute Resultate erhält man mit dem Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin.

Die erfindungsgemäßen Mittel enthalten insbesondere 10 bis 40 Gew.-% der Wirkstoffe a) quartäre Ammoniumverbindung und b) Kondensationsprodukt, wobei das Gewichtsverhältnis von Wirkstoff a) zu Wirkstoff b) innerhalb des Bereichs von 10 : 1 bin 1 : 15 liegt. Für die Herstellung von Weichmacherkonzentraten mit einem Wirkstoffgehalt der Wirkstoffe a) und b) im unteren Konzentrations-Bereich braucht wegen der guten Wasserverteilbarkeit der erfindungsgemäßen Konzentrate das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, nur mäßig erwärmt zu werden; im allgemeinen sind zur Homogenisierung von Produkten mit niedrigen Wirkstoffgehalten auch keine Homogenisiergeräte mit besonders hoher Wirksamkeit erforderlich, obwohl die Verwendung derartiger Geräte in der Regel nicht schädlich ist und besonders rasch zu feinteiligen stabilen Produkten führt. Derartige Produkte benötigen keinen oder nur sehr geringe Mengen eines Viskositätsrsegulators, da die Viskosität dieser Produkte sowohl unmittelbar nach der Herstellung als auch nach längerer Lagerung keine zusätzlichen Maßnahmen oder Additive zur Viskositätsregulierung erfordert. Mittel mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von insgesamt 10 bis 18 Gew.-% sind daher bevorzugt. Für die Herstellung von ebenfalls bevorzugten höher konzentrierten Weichmachungsmitteln mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von insgesamt 20 bis 35 Gew.-% ist es zur Erzielung von feinteiligen stabilen Produkten in der Regel erforderlich, das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, auf Temperaturen von bis zu etwa 80 °C zu erwärmen und Dispergiergeräte zu verwenden, die mit hohen Scherkräften arbeiten. Außerdem empfiehlt sich, derartigen Konzentraten Viskositätsregulatoren, auf die später noch näher eingegangen wird, zuzusetzen, um die Viskosität während der Herstellung, während der Lagerung und der Verwendung innerhalb eines erwünschten Bereichs einzustellen. Abhängig von der Herstellungsweise und der Verwendung von Viskositätsregulatoren sowie je nach der Konzentra tlon der Wirkstoffe erhält man dünnflüssige, dickflüssige oder auch pastöse Wirkstoffkonzentrate, denen gemeinsam ist, daß sie sowohl bei der Herstellung als auch bei der Verwendung in Wasser leicht verteilbar sind und daß sie ihre Viskosität während der Lagerung praktisch nicht oder nur geringfügig verändern. Gießbare Produkte werden zweckmäßigerweise in Flaschen abgefüllt, während pastenförmige oder auch dickflüssige Produkte am besten in Tuben oder in Spenden für pastenförmige Produkte abgefüllt werden.

Die Weichheitsleistung und die Verteilbarkeit in Wasser der erfindungsgemäßen Produkte wird durch den Gehalt an Polyglykolether gesteigert. Geeignete Polyglykolether leiten sich von Ethylenoxid ab und haben ein Molgewicht im Bereich von 200 bis

600. Ebenso dient der Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern einer Steigerung der weichmachenden Leistung; geeignete Fettsäureester sind Fettsäureglycerinester, wovon die Trifettsäureglycerinester besonders bevorzugt sind. Auch der Zusatz verschiedener Stoffe aus anderen Verbindungsklassen bewirkt in vielen Fällen eine Steigerung der Weichheitsleistung und/oder der Verteilbarkeit in Wasser. Geeignete Zusätze sind Etheramine der Formel $R\text{-}(C_2H_4O)_n\text{-}NR^1R^2$. In dieser Formel bedeutet R einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, n eine Zahl zwischen 2 und 10, R^1 und R^2, die gleich oder verschieden sein können, bedeuten $-C_2H_4OH$ oder deren Ester mit C_{10} - C_{20}-Monocarbonsäuren oder mit Sulfobernsteinsäure bzw. Alkalimetallsalzen dieser Säuren. Gut geeignet sind auch quartäre Ammoniumsalze der zuletzt genannten Verbindungen, bei denen an das Stickstoffatom eine weitere Alkylgruppe mit 1 bis 14 Kohlenstoffatomen unter Ausbildung einer positiven Ladung, die durch ein die Elektroneutralität herstellendes Anion, in der Regel das Chlorid-Anion, ausgeglichen wird. Andere geeignete Zusätze sind Ester von Fettalkoholen, insbesondere Talgalkohol mit gegebenenfalls hydroxyl-substituierten Monocarbonsäuren mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen. Außer den oben genannten niedermolekularen Polyglykolethern sind in manchen erfindungsgemäßen Zusammensetzungen auch hochmolekulare Polyglykolether, deren Molekulargewicht im Bereich von etwa 10 000 bis 80 000 liegt, geeignet. Ebenfalls sind 2-Benzylalkanolpolyglykolether mit 2 bis 10 Mol Ethylenoxid als Zusätze geeignet, insbesondere dann, wenn die zugrundeliegende Alkoholkomponente 2-Benzyloctanol ist. Auch Anlagerungsprodukte von 2 bis 10 Mol Ethylenoxid an verzweigte Alkohole, wie beispielsweise Isotridecanol sowie an hydroxylsubstituierte Fettalkohole lassen sich in vielen Fällen mit Erfolg als Zusätze verwenden. Auch 1,4-Alkylglycoside und 2,2-Alkylglycoside mit Alkylresten, die 10 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisen, sind geeignete Zusätze.

Erfindungsgemäße Produkte mit einem pH-Wert in unverdünntem Zustand von etwa 3,5 bis 5 weisen ein besonders günstiges Viskositätsverhalten auf. Ein pH-Wert innerhalb dieses Bereiches stellt sich entweder durch die Verwendung von Kondensationsprodukten ein, die nach einer Variante der in der DE-AS 19 22 047 beschriebenen Herstellungsweise unter Verwendung von Säure hergestellt wurden, oder man setzt zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes diese Säure separat zu, falls das Kondensationsprodukt nicht genügend oder gar keine Säure enthält. Geeignete Säuren sind organische oder anorganische, nichttensidische Säuren, die wasserlöslich sind. Beispiele für geeignete Säuren sind Essigsäure, Oxalsäure, Glykolsäure, Milchsäure, Citronensäure, Weinsäure sowie Salzsäure, Schwefelsäure oder Phosphorsäure. Auch Gemische der genannten Säure sind verwendbar. Von den organischen Säuren ist die Glykolsäure bevorzugt, während von den anorganischen Säuren Orthophosphorsäure zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes bevorzugt wird.

Besonders wertvolle Eigenschaften weisen Weichmacherkonzentrate auf, deren Zusammensetzung innerhalb der folgenden Konzentrationsbereiche liegt: a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen, b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 0,3 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säure. Weiterhin enthalten die erfindungsgemäßen Mittel Wasser und sonstige in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe, wie z. B. Konservierungsstoffe, Viskositätsregulatoren, Duftstoffe und Farbstoffe. Zur Vermeidung von Verfärbungen der erfindungsgemäßen Produkte, die durch einen Gehalt der verwendeten Rohstoffe an Schwermetallionen verursacht werden könnte, empfiehlt sich der Zusatz von geringen Mengen Schwermetallkomplexbildner.

Als Konservierungsstoffe kommen mikrobizid wirkende Verbindungen infrage. Viskositätsregulatoren sind die wasserlöslichen Alkali- oder Erdalkalimetallsalze von ein- oder mehrwertigen organischen oder anorganischen Säuren. Beispiele für geeignete Viskositätsregulatoren sind Natriumchlorid, Natriumformiat, Natriumacetat, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Calciumchlorid; besonders wirksame Viskositätsregulatoren sind Magnesiumchlorid und Calciumchlorid.

Die erfindungsgemäßen Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern können den Fettsäureester entweder in einem großen Unterschuß gegenüber den textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen oder etwa in gleichen Mengen, wie die textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen enthalten. Erfindungsgemäße Mittel mit einem Gewichtsverhältnis von quartären Ammoniumverbindungen zu Fettsäureestern im Bereich von 40 : 1 bis 100 : 1 sowie im Gewichtsverhältnis im Bereich von 2 : 1 bis 1 : 2 weisen besonders interessante Eigenschaften auf und sind daher bevorzugt. Besonders bevorzugt sind Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an a) 5 bis 10 Gew.-% quartären Ammoniumverbindungen, b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure. Mittel mit besonders ausgewogenen Eigenschaften enthalten a) als quartäre

Ammoniumverbindung Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid, b) ein Kondensationsprodukt aus Rindertalg und Hydroxyethylethylendiamin, c) ein Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin, d) einen Polyglykolether mit einem Molekulargewicht von 400, e) Tristearinsäureglycerinester und f) Orthophosphorsäure.

Das Herstellverfahren für die erfindungsgemäßen Produkte hat einen Einfluß auf die Eigenschaften der erfindungsgemäß zusammengesetzten Produkte. Ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Produkte ist daher ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung. Das Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen konzentrierten Textilweichmachungsmittels mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen, einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und einem Fettaminpolyglykolether ist dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quartäre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt und Fettaminpolyglykolether, Polyglykolether und Fettsäureester bei Temperaturen von 50 bis 70 °C unter Bildung einer homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmelze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwendung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung vermischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe zusetzt. Die Temperatur der Wirkstoffschmelze ist so zu wählen, daß die Schmelze eine homogene Mischung darstellt. Je nach der Konzentration und den Mengenverhältnissen der Wirkstoffe in der Schmelze erwärmt man das Wasser, mit dem die Schmelze zu einer homogenen Dispersion vermischt werden soll, auf Temperaturen bis zu 80 °C. Von Konzentration und Zusammensetzung der Schmelze hängt es auch ab, ob man ein Mischaggregat, das starke Scherkräfte entwickelt, und die Verwendung von Viskositätsregulatoren zur Homogenisierung und zur Einstellung einer gewünschten Viskosität benötigt. Die Säure setzt man der abgekühlten homogenisierten Mischung zu, wobei in der Regel eine Viskositätserniedrigung beobachtet wird.

Durch Art und Menge der zugesetzten Säure läßt sich innerhalb eines gewissen Bereichs die Viskosität der homogenisierten Dispersion steuern. Eine zusätzliche Möglichkeit zur Viskositätsregulierung stellt die Verwendung von Viskositätsregulatoren dar. Man verwendet daher Viskositätsregulatoren dann, wenn durch die Herstellung und die eingesetzte Säure eine ausreichende Viskositätsrsregulierung nicht möglich gewesen ist. Setzt man einen Viskositätsregulator zu, beobachtet man in der Regel bereits nach Zusatz von geringen Mengen Viskositätsregulatoren eine drastische Verringerung der Viskosität, was ein weiterer Vorteil der erfindungsgemäßen Mittel und des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellt. Die Menge der einzusetzenden Säure ist entweder der Menge des verwendeten Fettaminpolyglykolethers äquivalent oder es wird ein kleiner Überschuß oder Unterschuß an Säure verwendet. Die Abweichungen von einer äquivalenten Menge liegen in der Regel nicht höher als etwa 20 Mol-%.

Beispiele

Die folgenden Beispiele illustrieren die Erfindung, ohne sie hierauf zu beschränken; das für Beispiel 1 beschriebene Verfahren gilt sinngemäß auch für die folgenden Beispiele, in denen der eine oder andere Rohstoff, soweit er nicht zwingend erforderlich ist, im Vergleich zu Beispiel 1 fehlt; dementsprechend fehlt dann auch der Einarbeitungsschritt für den gegenüber Beispiel 1 weggelassenen Rohstoff.

Beispiel 1

10 Gew.-Teile Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid, 1,5 Gew.-Teile eines Kondensationsproduktes (hergestellt, indem man 900 g gehärteten Rindertalg auf 95 °c erwärmt, 114 g N-Hydroxyethylethylendiamin innerhalb von 35 Minuten in den Rindertalg einrührt, 4 Stunden bei 100 °C nachrührt, auf 90 °C abkühlen läßt, 42,6 g 70%ige Glykolsäure hinzugibt und dann noch 30 Minuten bei 90 °C nachrührt), 1,5 Gew.-Teile eines Anlagerungsprodukts von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin, 1,0 Gew.-Teil eines Polyethylenglykols mit einem Molgewicht von 400, 0,15 Gew.-Teilen Trifettsäureglycerid (1 Gew.-% C_{14}-, 29 Gew.-% C_{16}-, 70 Gew.-% C_{18}-Fettsäure) wurden in einem temperierbaren Mischbehälter auf 65 °C erhitzt; das Gemisch bildete eine klare dünnflüssige Schmelze. Diese Schmelze wurde in 85 Gew.-Teilen Wasser von 60 °C unter Verwendung eines Intensivmischers (Ystral-Turbine) eingerührt. Nach 10 Minuten Rühren bildete der Ansatz eine homogene Paste. Nach Beginn der Kühlung des Behälter-Inhalts wurde mit Orthophosphorsäure unter weiterem Rühren in der Paste ein ph-Wert von 4,5 eingestellt. Beim Erreichen von 48 °C gab man 0,2 Gew.-Teile $MgCl_2 \cdot 6\ H_2O$ in Form einer 10-gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung

als Viskositätsregulator zu. Die Viskosität des Ansatzes verringerte sich spontan; sie betrug bei 20 °C 38 mPas. Nach weiterem Abkühlen auf 30 °C (nach 60 Minuten) wurden geringe Menden Konservierungsmittel, Farbstoff und Duftstoff (Duftnote, frisch/blumig) hinzugeben und vermischt. Nach 40 Minuten betrug die Ansatztemperatur 20 °C und die Viskosität 43 mPas. Diese Viskosität veränderte sich auch nach längerem Lagern nur unwesentlich; das Produkt ließ sich leicht mit Wasser verdünnen.

Behandelte man mit diesem Konzentrat, das man auf eine Konzentration von 0,3 g Wirkstoff pro Liter Wasser verdünnt hatte, Textilien aus Baumwolle, Wolle, synthetischen Fasern und Mischgewebe, so stellte eine Gruppe von 5 in der Beurteilung der Weichheit von Textilien geübten Personen eine ausgezeichnete Weichheit der nach der Behandlung getrockneten Textilien fest. In gleicher Weise, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurden die wie folgt zusammengesetzten Weichmacherkonzentrate hergestellt, geprüft und ähnlich gut beurteilt:

Rohstoff/Beispiel	2	3	4
Ditalgdimethylammoniumchlorid	10	10	10
Kondensationsprodukt	1,0	1,0	2,0
Stearylamin + 25 EO	1,5	1,5	1,5
Polyethylenglykol, MG 400	2,0	1,0	1,0
Trifettsäureglycerid	0,15	0,15	0,15
Ester aus Isononansäure und hydriertem C_{16}-C_{18}-Fettalkohol	-	-	0,2
Rest wie Beispiel 1			

Bei dem Trifettsäureglycerid handelt es sich um denselben Rohstoff wie in Beispiel 1 beschrieben.

Beispiele 5 bis 9

Rohstoff/Beispiel	5	6	7	8	9
Distearyldimethylammonium-chlorid	2	2	2	2	2
Kondensationsprodukt	8,5	11	15	21	25
Stearylamin + 25 EO	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Polyethylenglykol, MG 400	2,0	1,0	2,0	3,5	5,0
Trifettsäureglycerid	1,5	0,15	0,25	0,4	0,5
Isononansäureester	-	0,5	0,6	0,7	1,0
Rest wie in Beispiel 1					

Das Produkt gemäß Beispiel 5 ist eine leichtbewegliche Flüssigkeit, die Produkte der Beispiele 6 und 7 sind dickflüssig bis pastös, das Produkt von Beispiel 9 ist eine Paste. Allen Produkten gemeinsam ist die gute wasserverteilbarkeit.

Bei dem Trifettsäureglycerid und dem Isononansäureester handelt es sich um dieselben Rohstoffe, wie in Beispiel 1 bzw. Beispiel 4 beschrieben. Verwendete man statt Distearyldimethylammoniumchlorid andere als Textilweichmacher geeignete quartäre Ammoniumverbindungen, erhielt man vergleichbare Ergebnisse. Ebenso erhielt man vergleichbare Ergebnisse, wenn man statt des Kondesationsproduktes auf Basis von gehärtetem Rindertalg Kondensationsprodukte auf Basis von gehärtetem Palmöl, Erdnußöl oder deren Mischungen verwendete.

In gleicher Weise wie zuvor beschrieben, lassen sich auch niedriger konzentrierte Textilweichmacher herstellen, die beispielsweise nur etwa 3 bis etwa 8 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen plus Kondensationsprodukt enthalten; diese Mittel ergeben ohne Zusatz von Viskositätsregulatoren in Wasser leicht verteilbare, dünnflüssige Produkte mit guter Weichmacherwirkung.

Ansprüche

1. Wäßriges, konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen, einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und einem Fettaminpolyglykolether, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhältlich durch Vermischen einer Schmelze aus
   a) der quartären Ammoniumverbindung,
   b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin,
   c) einem dispergierend wirkenden C_8-C_{22}-Alkyl-/-Alkenylaminpolyglykolether,
   d) 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend wirkendem Polyglykolether (Polyethylenglykol) mit einem Molgewicht von 200 bis 600 und
   e) textilweichmachendem Fettsäureester, vorzugsweise Fettsäureglycerinester und insbesondere einen Trifettsäureglycerinester in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-%, bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duft- und Farbstoffen und anschließendem Abkühlen, vorliegt.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 40 Gew.-% hat und das Verhältnis von a) zu b) im Bereich von 10 : 1 bis 1 : 15 liegt.

3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 18 Gew.-% hat.

4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 20 bis 35 Gew.-% hat.

5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich eine organische oder anorganische, nichttensidische Säure enthält.

6. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es
   a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
   b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt
   c) 0,3 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether
   d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykolether, (Polyethylenglykol)
   e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester
   f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säure
   und im übrigen Wasser und sonstige in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe wie Konservierungsstoffe, Viskositätsregulatoren, Duft- und Farbstoffe enthält.

7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichtsverhältnis von 40 : 1 bis 100 : 1 enthält.

8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichtsverhältnis von 2 : 1 bis 1 : 2 enthält.

9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es
   a) 5 bis 10 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
   b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt
   c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether
   d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether
   e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester
   f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure
   enthält.

10. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es
   a) Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid
   b) das Kondensationsprodukt von Rindertalg mit Hydroxyethylethylendiamin
   c) das Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin
   d) Polyglykolether mit einem Molgewicht von 400
   e) Tristearinsäureglycerinester
   f) Orthophosphorsäure
   enthält.

11. Verfahren zum Herstellen eines wäßrigen konzentrierten Textilweichmachungsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quartäre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt, Fettaminpolyglykolether, Polyglykolether und Fettsäureester bei Temperaturen von 50 bis 70 °C unter Bildung einer homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmelze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwendung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung vermischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe zusetzt.

Claims

1. An aqueous concentrated fabric softener containing fabric-softening quaternary ammonium compounds,

a condensation product of a natural fat and a hydroxyalkyl polyamine and a fatty amine polyglycol ether, characterized in that it is in the form of a homogenizate obtained by mixing a melt of
a) the quaternary ammonium compound,
b) the condensation product of a natural fat and a hydroxyalkyl polyamine,
c) a dispersing C_{8-22}-alkyl/alkenyl amine polyglycol ether
d) 0.5 to 5% by weight of a dispersing polyglycol ether (polyethylene glycol) having a molecular weight of 200 to 600 and
e) fabric-softening fatty acid esters, preferably fatty acid glycerol esters and, more particularly, a fatty acid triglycerol ester in quantities of 0.05 to 5% by weight, at elevated temperature with warm water and optionally with other auxiliaries, fragrances and dyes typically used in fabric softeners, followed by cooling.

2. A fabric softener as claimed in claim 1, characterized in that it contains a total of from 10 to 40% by weight of the active components a) and b) and the ratio of a) to b) is in the range from 10 : 1 to 1 : 15.

3. A fabric softener as claimed in claim 1 or 2, characterized in that it contains a total of from 10 to 18% by weight of the active components a) and b).

4. A fabric softener as claimed in claim 1 or 2, characterized in that it contains a total of from 20 to 35% by weight of the active components a) to b).

5. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 4, characterized in that it additionaly contains an organic or inorganic, non-surface-active acid.

6. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 5, characterized in that it contains
a) 2 to 12 % by weight of quaternary ammonium compounds,
b) 0.3 to 25 % by weight of condensation product,
c) 0.3 to 1.8% by weight of fatty amine polyglycol ether,
d) 0.5 to 5 % by weight of polyglycol ether (polyethylene glycol),
e) 0.1 to 4 % by weight of fatty acid ester,
f) 0.01 to 3 % by weight of acid,
and, for the rest, water and other auxiliaries of the type commonly used in fabric softeners, such as preservatives, viscosity regulators, fragrances and dyes.

7. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 6, characterized in that it contains fabric-softening quaternary ammonium compounds and fatty acid esters in a ratio by weight of from 40 : 1 to 100 : 1.

8. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 6, characterized in that it contains fabric-softening quaternary ammonium compounds and fatty acid esters in a ratio by weight of from 2 : 1 to 1 : 2.

9. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 8, characterized in that it contains
a) 5 to 10 % by weight of quaternary ammonium compounds,
b) 1.0 to 6.5% by weight of condensation product,
c) 1.0 to 1.8% by weight of fatty amine polyglycol ether,
d) 2 to 3 % by weight of polyglycol ether,
e) 0.1 to 0.7% by weight of fatty acid ester,
f) 0.1 to 2.0% by weight of acid.

10. A fabric softener as claimed in any of claims 1 to 9, characterized in that it contains
a) ditallow alkyl dimethyl ammonium chloride,
b) the condensation product of beef tallow with hydroxyethyl ethylenediamine,
c) the adduct of 25 mol of ethylene oxide with 1 mol of stearylamine,
d) polyglycol ether having a molecular weight of 400,
e) stearic acid triglycerol ester,
f) orthophosphoric acid.

11. A process for producing the aqueous concentrated fabric softener claimed in any of claims 1 to 10, characterized in that the components quaternary ammonium compound, condensation product and fatty

amine polyglycol ether, polyglycol ether and fatty acid ester are mixed with one another at temperatures of from 50 to 70 °C to form a homogeneous melt, the resulting melt is mixed and homogenized at elevated temperature with water heated to temperatures of up to 80 °C, optionally using a mixing unit which develops intense shear forces, after which the mixture is cooled and, at the same time, an acid, a viscosity regulator and other auxiliaries typically used in fabric softeners are optionally added.

Revendications

1. Agent assouplissant aqueux et concentré pour textiles, contenant des composés d'ammonium quaternaire assouplissant les textiles et un produit de condensation dérivé d'une graisse naturelle et d'une hydroxyalkylpolyamine, ainsi qu'un pulyglycoléther d'amine grasse, caractérisé en ce qu'il se présente en tant que produit homogène, obtenable par mélangeage d'une masse fondue de
   a) composé d'ammonium quaternaire,
   b) produit de condensation dérivé d'une graisse naturelle et d'une hydroxyalkylpolyamine et
   c) alkyl- ou alcénylaminopolyglycoléther comportant 8 à 22 atomes de carbone dans la partie alkyle ou alcényle, doué d'un pouvoir dispersant
   d) 0,5 à 5 % en poids de polyglycoléther (polyéthylèneglycol) doué d'un pouvoir dispersant, dont le poids moléculaire est compris dans, l'intervalle de 200 à 600 et
   e) ester d'acide gras assouplissant les textiles, de préférence un ester glycérique d'acide gras et, en particulier, un ester triglycérique d'acide gras, en proportions allant de 0,05 à 5 en poids,
   à température élevée avec de l'eau chaude, ainsi que le cas échéant avec d'autres adjuvants, matières odoriférantes et colorants utilisés habituellement dans les assouplissants pour textiles, ce mélangeage étant suivi d'un refroidissement.

2. Agent selon la revendication 1, caractérisé en ce que sa concentration totale en substances actives a) et b) est comprise entre 10 et 40 % en poids et que les substances a) et b) sont entre elles dans un rapport compris entre 10:1 et 1:15.

3. Agent selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que sa concentration totale en substances actives a) et b) est comprise entre 10 et 18 % en poids.

4. Agent selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que so concentration totale en substances actives a) et b) est comprise entre 20 et 35 % en poids.

5. Agent selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il renferme en plus un acide organique ou inorganique non tensioactif.

6. Agent selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il contient
   a) 2 à 12 en poids de composés d'ammonium quaternaire
   b) 0,3 à 25 % en poids de produit de condensation
   c) 0,3 à 1,9 % en poids de polyglycoléther d'amine grasse
   d) 0,5 á 5 % en poids de polyglycoléther (polyéthyléneglycol)
   e) 0,1 à 4 % en poids d'ester d'acide gras
   f) 0,01 à 3 % en poids d'acide
   et pour le reste de l'eau et d'autres additifs usuels des agents assouplissants, tels que conservateurs, régulateurs de viscosité, matière odoriférantes et colorants.

7. Agent selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il renferme les composés d'ammonium quaternaire assouplissant les textiles et les esters d'acides gras dans un rapport pondéral compris dans l'intervalle de 40:1 à 100:1.

8. Agent selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en qu'il renferme les composés d'ammonium quaternaire assouplissant les textiles et les esters d'acides gras dans un rapport pondéral compris dans l'intervalle de 2:1 à 1:2.

9. Agent selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il contient
   a) 5 à 10 % en poids de composés d'ammonium quaternaire

b) 1,0 à 6,5 % en poids de produit de condensation
c) 1,0 à 1,8 % en poids de polyglycoléther d'amine grasse
d) 2 à 3 % en poids de polyglycoléther
d) 0,1 à 0,7 % en poids d'ester d'acide gras
f) 0,1 à 2,0 % en poids d'acide.

10. Agent selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il contient
a) du chlorure de di(alkyl de suif)diméthylammonium
b) le produit de condensation du suif de boeuf avec de l'hydroxyéthylénediamine
c) le produit d'addition de 25 moles d'oxyde d'éthylène à 1 mole de stéar ylamine
d) du polyglycoléther dont le poide moléculaire est de 400
e) de l'ester triglycérique d'acide stéarique
f) de l'acide orthophosphorique.

11. Procédé de fabrication d'un concentré d'agent assouplissant aqueux et concentré pour textiles selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on mélange les composants - composé d'ammonium quaternaire, produit de condensation, polyglycoléther d'amine grasse, polyglycoléther et ester d'acide gras - à des températures allant de 50 à 70 °C, en formant une masse fondue homogène, en ce que l'on mélange cette masse fondue à température accrue en l'homogénéisant avec de l'eau que l'on a chauffée à des températures allant jusqu'à 80 °C, en utilisant le cas échéant un mélangeur, qui développe une force de cisaillement élevée, en ce que l'on refroidit ensuite le mélange et en ce que l'on ajoute éventuellement un acide, un régulateur de viscosité, ainsi que d'autres additifs habituellement utilisés dans les agents assouplissants ou agents de conditionnement.