

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2003 - 633

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **24.08.2001**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **05.09.2000**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2000/0021766**

(33) Země priority: **GB**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **13.08.2003**
(Věstník č. 8/2003)

(86) PCT číslo: **PCT/EP01/09884**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO02/020707**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 11 D 1/835

C 11 D 1/62

C 11 D 3/20

C 11 D 3/00

(71) Přihlašovatel:
UNILEVER N. V., Rotterdam, NL;

(72) Původce:
Howard Jane, Bebington, GB;
Mohammadi Mansur Sultan, Bebington, GB;
Ormandy Kevin Anthony, Bebington, GB;
Parsons John Stuart, Prenton, GB;

(74) Zástupce:
Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:
Změkčující prostředek

(57) Anotace:

Změkčující vodný prostředek pro tkaniny, obsahující (a) 7,5 až 60 % hmotn. kationtové, tkaniny změkčující sloučeniny, přičemž tato sloučenina má jeden nebo více uhlovodíkových řetězců tvořených matečných acylovými sloučeninami o dlouhém alifatickém řetězci a/nebo matečnými mastnými kyselinami, které mají jodové číslo od 0 do 20; a (b) 0,01 až 1,5 % hmotn. neiontové, povrchově aktivní látky jako modifikátoru viskozity; a (c) nejvýše 1,4 % hmotn. alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem; kde kombinace (b) a (c) nepřevyšuje 1,5 % hmotn. vzhledem k celkové hmotnosti prostředku a tento prostředek obsahuje částice, mající střední průměr od 0,3 do 7 mikrometrů, měřený za použití přístroje Malvern Mastersizer.

Změkčující prostředek

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká změkčujícího prostředku pro tkaniny a zejména koncentrovaného změkčujícího prostředku pro tkaniny.

Dosavadní stav techniky

Změkčující prostředky pro tkaniny se často používají k ukládání sloučenin, změkčujících tkaniny, na textilie. Ty jsou obvykle máchány za přidání změkčujících prostředků. Takové prostředky typicky obsahují činidlo pro změkčování tkanin, dispergované (rozptýlené) ve vodě. Toto činidlo pro změkčování tkanin může být začleněno až do množství 7,5 % hmotnostního, přičemž v takovém případě jsou prostředky považovány za zředěné, nebo v množství od 7,5 % hmotnostního do 60 % hmotnostních a v takovém případě jsou prostředky považovány za koncentrované.

U kteréhokoli změkčujícího prostředku pro tkaniny je samozřejmě vysoce žádoucí, aby poskytoval vynikající změkčení. Je známo, že za použití nasycených (to znamená ztužených) změkčujících sloučenin namísto nenasyčených nebo částečně nenasyčených změkčujících sloučenin lze dosáhnout lepšího změkčení.

Také se předpokládá, že ztužené změkčující sloučeniny mají menší bazický pach než nenasyčené změkčující sloučeniny. Proto je žádoucí, aby jakýkoli změkčující prostředek pro tkaniny obsahoval ztužené nebo v podstatě ztužené změkčující sloučeniny.

Autoři vynálezu nyní zjistili, že nasycené kvarterní amonné sloučeniny na bázi triethanolaminu (TEA), změkčující tkaniny, mají nižší teploty tání než obchodně dostupné nasycené změkčující sloučeniny, jako chlorid 3-trimethylamonium-1,2-dialkanoyl-oxypropanu a chlorid N,N-dimethylamonium-N,N-dialkanoyl-oxyethylu, u nichž je alkan odvozen od mastných kyselin lojového oleje.

Zvláště je žádoucí, aby změkčující prostředek pro tkaniny obsahoval změkčující sloučeninu s nízkou teplotou tání, neboť její přítomnost zlepšuje snadnost zpracování změkčujícího prostředku, stejně jako výsledné formování vodné disperze. Ve změkčujících prostředcích pro tkaniny je tedy žádoucí používat nasycené sloučeniny na bázi triethanolaminu, změkčující tkaniny.

Ovšem autoři vynálezu rovněž zjistili, že koncentrované prostředky s obsahem nasycených sloučenin na bázi triethanolaminu, změkčujících tkaniny, trpí viskozitní nestabilitou (zahušťováním) během skladování, zvláště pak při vysoké teplotě, například při teplotě vyšší než 30 °C.

Nestabilita či nestálost se sama o sobě může projevovat jako zahuštění prostředku. K takovému zahuštění může dojít až do té míry, že prostředek již není při použití nalévatelný nebo dispergovatelný (rozptýlitelný) a může dokonce vést až k vytváření nevratného gelu. Toto zahuštění je velice nežádoucí, neboť prostředek nemůže být nadále běžně používán. Například na dávkovací zásuvce pračky mohou zůstat nepříjemné zbytky a/nebo je takové používání pro spotřebitele nelákavé.

Stálost prostředku při vysoké teplotě je ovšem spotřebiteli zvláště vyžadována.

Je známo, že viskozitu mohou snižovat mastné kyseliny (a to snížením velikosti částic v prostředí) a stejně lze takového účinku dosáhnout za použití anorganických a organických elektrolytů. Autoři tohoto vynálezu ovšem zjistili, že žádná z těchto látek neposkytuje dlouhodobý přínos ke stálosti změkčujících prostředků pro tkaniny, obsahujících ztužené změkčující sloučeniny na bázi triethanolaminu, TEA.

Z tohoto důvodu je žádoucí poskytnout změkčující prostředek pro tkaniny, obsahující ztuženou, tkaniny změkčující sloučeninu na bázi triethanolaminu, který překonává problémy, týkající se nestálosti při vysoké teplotě skladování.

WO 97/16 516 předkládá změkčující prostředek, obsahující kationtové změkčovadlo a neiontovou povrchově aktivní látku v poměru od 1:2 do 4:1.

EP 640 121 předkládá prostředek, obsahující diesterovou kvarterní amoniovou sloučeninu a 0,1 až 30 % sloučeniny, modifikující viskozitu a/nebo dispergovatelnost. V tomto patentovém spisu však není žádná zmínka o ztužených změkčujících sloučeninách.

EP 734 433 předkládá směs ztužených a částečně ztužených esterových kvarterních amoniových sloučenin. V tomto patentovém spisu však není žádná zmínka o neiontových stabilizačních činidlech.

GB 2 170 829 předkládá prostředky obsahující kvarterní amoniové sloučeniny a alkoholy s dlouhými alifatickými řetězci v poměru od 6:1 do 3:1. V tomto patentovém spisu však není žádná zmínka o jodovém čísle kvarterní amoniové sloučeniny.

WO 99/ 29 823 předkládá způsob výroby změkčujícího prostředku, zahrnující vytvoření taveniny změkčovadla a volitelných přídavných látek, její dispergování (rozptýlení) ve vodě, ochlazení na teplotu nižší než je Krafftova teplota změkčovadla a přidání barviva a neiontového materiálu. Není zde žádná zmínka o tom, že by neiontový materiál mohl být začleňován před ochlazením směsi. Dále zde není žádný odkaz na mletí za vysokého stříhu.

EP 503 221 předkládá prostředek obsahující kationtové změkčovadlo, ethoxylát alkoholu s rovným dlouhým alifatickým řetězcem a vysoce rozvětvený alkohol s dlouhým alifatickým řetězcem. V tomto patentovém spisu však není žádná zmínka o ztužené kationtové změkčující sloučenině.

EP 309 052 předkládá prostředek, obsahující 11 až 25 % kvarterizovaného ester-aminu, 0,1 až 10 % rovného alkoxylovaného alkoholu s 1 až 10 alkylenoxidovými skupinami a 60 % nebo více kapalného nosiče.

Nyní předkládaný vynález se snaží poskytnout změkčující prostředek pro tkaniny, obsahující ztuženou, tkaniny změkčující sloučeninu na bázi triethanolaminu, který překonává jeden nebo více ze zde popsáných problémů a poskytuje jeden či více z přínosů, které jsou zde popsány.

Autoři zde předkládaného vynálezu zjistili, že zmenšené množství částicového, neiontově aktivního činidla ve změkčujícím prostředku pro tkaniny, který obsahuje ztuženou sloučeninu na bázi triethanolaminu změkčující tkaniny, mající střední velikost částice menší než 7 mikrometrů, působí jako stabilizátor viskozity, čímž poskytuje viskozitu očekávanou spotřebiteli, a to i při začlenění ve velmi malých množstvích.

(1,5 % hmotnostního nebo méně vzhledem ke hmotnosti změkčujícího prostředku pro tkaniny) a že malé množství neiontově aktivního činidla nedestabilizuje prostředek během skladování, dokonce ani při vysoké teplotě.

Podstata vynálezu

Podle předkládaného vynálezu je zde poskytnut vodný změkčující prostředek pro tkaniny, obsahující:

- (a) 7,5 % hmotnostního až 60 % hmotnostních kationtové, tkaniny změkčující sloučeniny o vzorci (I) jak je zde uveden, přičemž tato sloučenina má jeden nebo více uhlovodíkových řetězců tvořených matečnými acylovými skupinami o dlouhém alifatickém řetězci a/nebo matečnými skupinami mastných kyselin, které mají jodové číslo od 0 do 20; a
- (b) 0,01 % až 1,5 % hmotnostního neiontové, povrchově aktivní látky jako modifikátoru viskozity; a
- (c) nejvýše 1,4 % hmotnostního alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem;

kde kombinace (b) a (c) nepřevyšuje 1,5 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku a tento prostředek obsahuje částice, mající střední průměr od 0,3 do 7 mikrometrů, měřený za použití přístroje Malvern Mastersizer.

Pro vyloučení pochybností, týkajících se významu použitých výrazů, výraz "obsahující" odpovídá normálnímu významu slova "zahrnující", ale není omezen na výraz "sestavající z" nebo "složený z".

Jinými slovy, uvedené kroky, možnosti a složky nejsou vyčerpávající či kompletní.

Prostředky podle předkládaného vynálezu poskytují vynikající počáteční a dlouhodobou stálost (stabilitu) při skladování.

Pro účely tohoto vynálezu je termín "počáteční stálost" definován jako viskozitní stálost či stabilita prostředku při teplotě místnosti (měřená během počátečního čtyřadvacetihodinového období po vytvoření prostředku).

Pro účely tohoto vynálezu je termín "dlouhodobá stálost při skladování" definován jako viskozita prostředku, skladovaného po dobu čtyř týdnů při teplotě 37 °C.

Veškerá měření viskozity se provádějí při 20s⁻¹ a použití rotoviskometru Haake MV1 při teplotě 25 °C.

Kationtová sloučenina změkčující tkaniny

Touto kationtovou sloučeninou změkčující tkaniny je kvarterní amoniová sloučenina, mající alespoň jednu esterovou skupinu a dále mající jeden nebo více z uhlovodíkových řetězců formovaných z mateřské acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem ("mastného" acylu) nebo z mastné kyseliny o stupni nenasycenosti, představovaném jodovým číslem (I.V., iodine value) od 0 do 20, lépe od 0 do 5 a ještě lépe od 0 do 2, například od 0 do 1 nebo dokonce menším než 1.

Změkčující činidlo je tedy udáváno jako podstatně nebo plně nasycené (ztužené), neboť dlouhé alifatické, tedy "mastné" uhlovodíkové

řetězce jsou v podstatě nebo dokonce plně složeny z uhlíkových atomů, vázaných jednoduchou vazbou.

Spíše než použití nenasycené nebo částečně nenasycené sloučeniny se považuje za výhodné použití ztužené (v podstatě nebo plně nasycené) změkčující sloučeniny, neboť schonost změkčování je obecně lepší za použití ztužených změkčujících sloučenin.

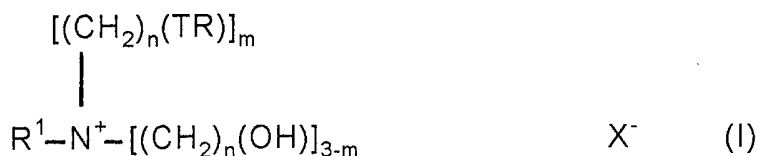
Ztužené změkčující sloučeniny jsou také považovány za sloučeniny, mající menší zápach než nenasycené změkčující sloučeniny. To je zvláště patrné při srovnání kvarterních amonných sloučenin na bázi ethanolaminu.

Kationtová změkčující sloučenina má s výhodou dvě C_{12-28} alkylové nebo alkenylové skupiny, navázané na dusíkovou čelní skupinu prostřednictvím alespoň jedné esterové vazby. Více se upřednostňuje, pokud jsou v kvarterním amoniovém materiálu přítomné alespoň dvě esterové vazby.

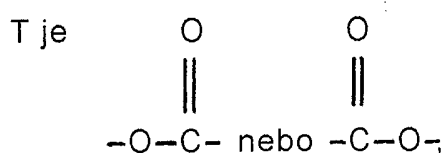
Průměrná délka řetězce alkylové nebo alkenylové skupiny je s výhodou alespoň C_{14} a lépe alespoň C_{16} . Nejlépe má alespoň polovina řetězců délku C_{18} .

Obecně se upřednostňuje, pokud jsou alkylové nebo alkenylové řetězce převážně rovné.

Kationtové sloučeniny změkčující tkaniny pro použití v předkládaném vynálezu jsou založeny na triethylenaminu a jsou představovány vzorcem (I):



kde každý zbytek R je nezávisle zvolen z C_{5-35} alkylové nebo alkenylové skupiny, R^1 představuje C_{1-4} alkylovou, C_{2-4} alkenylovou nebo C_{1-4} hydroxyalkylovou skupinu,



n je 0 nebo číslo, zvolené z čísel 1 až 4, m je 1, 2 nebo 3 a označuje počet částic, jichž se týká to, že jsou přivěšeny přímo na dusíkový atom a X^- je aniontová skupina, jako halogeny nebo alkylsulfáty, například chlorid, methylsulfát nebo ethylsulfát.

Sloučeniny na bázi ethanolaminu, které změkčují tkaniny, typicky zahrnují směs monoesterových, diesterových a triesterových forem sloučeniny, kde diesterová forma představuje nejvýše 70 % hmotnostních sloučeniny změkčující tkaniny, s výhodou ne více než 60 %, například ne více než 55 % nebo dokonce ne více než 45 % sloučeniny změkčující tkaniny.

Zvláště upřednostňovanými materiály, které lze vyjádřit uvedeným vzorcem, jsou jsou methylsulfáty triethanolamoniumdialkenylových esterů. Komerčním příkladem sloučeniny o takovém vzorci je "Tetranyl AHT-1" (methylsulfát triethanolamoniumdialkanoylesteru, přičemž alkan je odvozený od ztužené kyseliny olejové, 80% aktivní) od firmy Kao Corporation.

Možné je také začlenění změkčujících sloučenin s určitým stupněm nenasycenosti v dlouhých uhlovodíkových řetězcích, za předpokladu, že celkový počet N mateřských acylových skupin s dlouhým alifatickým řetězcem a/nebo mateřských mastných kyselin změkčujících sloučenin zůstane nižší než 20, lépe nižší než 5 a ještě lépe nižší než 2.

Sloučeniny s nízkými hladinami nenasycenosti zahrnují Tetranyl AT-1 (dioleový ester triethanolamoniummethylsulfátu, představující 90% aktivní látky), L5/90 (methylsulfát triethanolamoniumpalmoylového esteru, představující 90 % aktivní látky) od firmy Kao Corporation a Rewoquat WE15 (reakční produkty C_{10-20} a C_{16-18} nenasycené mastné kyseliny s kvarterizovaným dimethylsulfátem triethanolaminu o 90 % aktivní látky) od firmy Witco Corporation. Pokud jsou v prostředku přítomny změkčující sloučeniny s nízkými hladinami nenasycenosti, je hmotnostní poměr ztužené sloučeniny vůči nenasycené sloučenině s výhodou vyšší než 4:1 a lépe větší než 6:1, například 8:1 či větší.

Ztužené změkčující sloučeniny na bázi triethanolaminu jsou vzhledem k dalším kvarterním amoniovým esterovým sloučeninám, jako jsou chlorid N,N-dimethylamonium-N-dialkanoyloxyethanu (uváděný zde jako "DEEDMAC") a chlorid 3-trimethylamonium-1,2-dialkanoyloxypropanu (uváděný zde jako "HEQ"), u nichž je alkan odvozený od mastných kyselin ztuženého lojového oleje, zvoleny přednostně, s ohledem na jejich významně nižší teploty tání, což činí prostředek s obsahem těchto přísad daleko snadněji formulovatelný.

Například HEQ s 10 % isopropanolu taje přibližně při 100 °C, zatímco Tetranyl AHT-1 s 15 % isopropanolu taje přibližně při 47 °C.

Prostředky obsahují od 7,5 do 60 % hmotnostních kationtové změkčující sloučeniny (aktivní přísady) vzhledem k celkové hmotnosti

prostředku, lépe 8 až 45 % hmotnostních a ještě lépe 8 až 30 % hmotnostních, nebo dokonce 9 až 25 % hmotnostních, například 11 až 22 % hmotnostních.

Jodové číslo mateřské acylové skupiny s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mastné kyseliny

Jodové číslo mateřské acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mateřské mastné kyseliny, z nichž je kationtová změkčující sloučenina formována, je v rozmezí od 0 do 20, lépe od 0 do 5 a ještě lépe od 0 do 2.

V kontextu předkládaného vynálezu je jodové číslo mateřské acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mateřské mastné kyseliny, z nichž je kationtová změkčující sloučenina formována, definováno jako počet gramů jodu, které reagují se 100 gramy acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem nebo s mastné kyseliny.

Jednou z metod k vypočítání jodového čísla mateřské acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mateřské mastné kyseliny, z nichž je kationtová změkčující sloučenina formována, zahrnuje rozpuštění předepsaného množství (od 0,1 do 3 g) v přibližně 15 ml chloroformu. Poté se rozpuštěná acylová sloučenina s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mastná kyselina ponechá reagovat s 25 ml chloridu jodného v roztoku kyseliny octové ($0,1 \text{ mol.l}^{-1}$). Následně se přidá 20 ml 10% roztoku jodidu draselného a přibližně 150 ml deionizované vody. Poté, co se uskutečnilo přidání halogenu, stanoví se přebytek chloridu jodného titrací roztokem thiosulfátu sodného ($0,1 \text{ mol.l}^{-1}$) v přítomnosti indikátorového prášku modrého škrobu. Současně se stanovuje blank, slepá kontrola, se stejným množstvím reagensů a za stejných podmínek. Rozdíl mezi objemem thiosulfátu sodného, použitého jako blank a objemem thiosulfátu sodného, použitého v reakci s

mateřskou sloučeninou s dlouhým alifatickým řetězcem nebo mateřskou mastnou kyselinou umožňuje vypočítání jodového čísla. Odborníkovi v oboru budou známé i další metody výpočtu jodového čísla.

Neiontový povrchově aktivní stabilizátor viskozity

Prostředky podle vynálezu zahrnují jedno či více z neiontových povrchově aktivních činidel, stabilizujících viskozitu.

Zvláště upřednostňovanými neiontovými povrchově aktivními činidly, stabilizujícími viskozitu a určenými pro použití v prostředcích podle předkládaného vynálezu, jsou alkoxylované neiontové alkoholy s dlouhým alifatickým řetězcem, jako jsou alkoholy s dlouhým alifatickým řetězcem obsahující C_{10-22} alkylové/alkenylové řetězce, alkoxylované 3 až 30, lépe 4 až 27 a nejlépe 6 až 25, například 11 až 20 moly alkoxylových struktur. Alkoholy s dlouhým alifatickým řetězcem mohou být alkoxylovány ethylenoxidem, propylenoxidem nebo směsmi ethylenoxidu a propylenoxidu. Zvláště se upřednostňují ethoxylované sloučeniny.

Neiontové povrchově aktivní činidlo, stabilizující viskozitu, je v prostředku přítomno v množství od 0,01 % do 1,5 % hmotnostního, lépe od 0,2 do 1,4 % hmotnostního a nejlépe od 0,4 do 1,2 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Alkohol s dlouhým alifatickým řetězcem

Prostředek podle předkládaného vynálezu výhodně a volitelně zahrnuje jeden či více z nealkoxylovaných alkoholů s dlouhým alifatickým řetězcem.

Upřednostňované alkoholy s dlouhým alifatickým řetězcem vykazují délku uhlovodíkového řetězce od 10 do 22 uhlíkových atomů, lépe 11 až 20 uhlíkových atomů a nejlépe 15 až 19 uhlíkových atomů.

Alkohol s dlouhým alifatickým řetězcem může být nasycený nebo nenasycený, ačkoli přednost se dává nasyceným alkoholům s dlouhým alifatickým řetězcem, neboť bylo zjištěno, že poskytují větší přínos, pokud se týká stálosti a zvláště stálosti při nízké teplotě.

Vhodné obchodně dostupné alkoholy s dlouhým alifatickým řetězcem zahrnují lojový alkohol, tj. alkohol s řetězcem lojové mastné kyseliny (dostupný jako Hydrenol S3 od firmy Sidobre Sinnova a jako Laurex CS od firmy Clariant).

Obsah alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem se v prostředcích podle vynálezu pohybuje od 0 do 1,4 % hmotnostního, lépe od 0,005 do 1,2 % hmotnostního a nejlépe od 0,01 do 0,8 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Hmotnostní poměr kationtového změkčujícího materiálu a souhrnné hmotnosti neiontového povrchově aktivního činidla stabilizujícího viskozitu a volitelného alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem je s výhodou 5:1 až 50:1, lépe 5:1 až 20:1 a nejlépe 5:1 až 15:1.

Voda

Prostředky podle předkládaného vynálezu jsou na vodné bázi.

Množství přítomné vody je typicky od 0,5 do 92,49 % hmotnostního, lépe od 50 do 92 % hmotnostních, ještě lépe od 60 do 91

% hmotnostních a nejlépe od 70 do 90 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Oleje

Prostředky podle předkládaného vynálezu mohou obsahovat alespoň jeden olej.

Tímto olejem může být minerální olej, silikonový olej, esterový olej a/nebo přírodní oleje, jako jsou rostlinné oleje.

Esterové oleje mají s výhodou hydrofobní povahu. Zahrnují estery s dlouhými alifatickými řetězci ("mastné estery") jednosytných nebo vícesytných alkoholů, mající v uhlovodíkovém řetězci jeden až 24 uhlíkových atomů a monokarboxylových nebo polykarboxylových kyselin, majících v uhlovodíkovém řetězci jeden až 24 uhlíkových atomů, za předpokladu, že celkový počet uhlíkových atomů v esterovém oleji je rovný 16 nebo větší a že alespoň jeden uhlovodíkový řetězec má 12 nebo více uhlíkových atomů.

Vhodné esterové oleje zahrnují nasycené esterové oleje jako výrobky PRIOLUBE (od firmy Unichema). Zvláště se pak upřednostňují 2-ethylhexylstearát (PRIOLUBE 1545), neopentylglykolmonomerát (PRIOLUBE 2045) a methyllaurát (PRIOLUBE 1415), ačkoliv vhodné jsou také monoglyceridoleát (PRIOLUBE 1407) a neopentylglykoldioleát (PRIOLUBE 1446).

Přednost se dává tomu, aby viskozita esterového oleje byla v rozmezí od 2 do 400 mPa.s při teplotě 25 °C a při 106 s⁻¹, měřeno za použití Haakeho rotoviskometru MV1 a aby hustota minerálního oleje byla v rozmezí od 0,8 do 0,9 g.cm⁻³ při 25 °C.

Vhodné minerální oleje zahrnují uhlovodíky s rozvětveným nebo rovným řetězcem, majícím v uhlovodíkovém řetězci od 6 do 35, lépe od 7 do 20 a nejlépe od 7 do 14 uhlíkových atomů. Pokud však v prostředku podle předkládaného vynálezu není přítomný žádný alkohol o malé molekulové hmotnosti, může být délka uhlovodíkového řetězce použitého oleje s výhodou v rozmezí od 6 do 12 uhlíkových atomů.

Upřednostňované minerální oleje zahrnují technickou řadu olejů Marcol (od firmy Esso), ačkoli zvláště se upřednostňuje řada Sirius (od firmy Silkolene) nebo Sementol (od firmy Witco Corporation).

Vhodné minerální oleje jsou popsány v současně podané přihlášce PCT/EP00/04223 (zveřejněné jako WO-A1-OO/71806).

Použit je možné jeden nebo více z olejů kteréhokoliv z výše uvedených typů.

Takový olej může být přítomný v množství od 0,1 % hmotnostního do 70 % hmotnostních, lépe od 0,2 % hmotnostního do 20 % hmotnostních a nejlépe od 0,3 % hmotnostního do 12 % hmotnostních, například od 0,4 % hmotnostního do 10 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Olej může být přítomný jako složka, přidávaná do prostředku podle vynálezu odděleně od jakékoliv jiné složky, nebo může být přítomný v jiných složkách prostředku, například v parfémtech.

Rozpouštědlo

Kromě alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem, který může být v prostředcích podle předkládaného vynálezu přítomný, mohou tyto prostředky obsahovat jedno nebo více rozpouštědel.

Rozpouštědlo může sestávat z alkoholu o nízké molekulové hmotnosti, jako je jednosytný alkohol o nízké molekulové hmotnosti.

Přítomnost takového alkoholu o nízké molekulové hmotnosti může rovněž napomáhat zlepšení fyzikální stálosti prostředku během skladování a to snížením jeho viskozity na žádoucnější úroveň.

Příklady vhodných alkoholů o nízké molekulové hmotnosti zahrnují ethanol, isopropanol, n-propanol, t-butylalkohol, hexanol, heptanol, oktanol a podobně.

Zvláště se upřednostňuje, aby délka uhlovodíkového řetězce v jednosytném alkoholu byla od 2 do 10 uhlíkových atomů, lépe od 3 do 9 uhlíkových atomů a nejlépe od 4 do 8 uhlíkových atomů.

Použitý alkohol může být rovný nebo rozvětvený.

Rozpouštědlo může být do prostředku podle předkládaného vynálezu přidáno buď tak, že je přítomno jako složka v surovině obsahující kationtovou povrchově aktivní látku, nebo může být přidáno odděleně.

Rozpouštědlo je s výhodou přítomné v množství od 0,05 % hmotnostního do 40 % hmotnostních, lépe od 0,1 % hmotnostního do 25 % hmotnostních a nejlépe od 0,15 % hmotnostního do 16 % hmotnostních, například od 0,2 % hmotnostního do 5 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Pokud je to žádoucí, mohou být použity směsi rozpouštědel.

Činidla napomáhající rozptylu

Prostředky podle předkládaného vynálezu mohou obsahovat činidla napomáhající rozptylu, dispergování. Typická činidla napomáhající rozptylu zahrnují alkylové kationtové kvarterní amoniové sloučeniny s jedním dlouhým řetězcem a alkylové aminoxidy s jedním dlouhým řetězcem.

Koncentrace takových činidel napomáhajících rozptylu je s výhodou v rozmezí od 0,05 % hmotnostního do 30 % hmotnostních, lépe od 0,3 % hmotnostního do 20 % hmotnostních a nejlépe od 1 % hmotnostního do 15 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Antioxidační/redukční stabilizátory

Prostředky podle předkládaného vynálezu mohou volitelně obsahovat jednu nebo více z přídatných sloučenin, které je stabilizují vůči oxidaci a/nebo redukci.

Pokud jsou stabilizátory přítomné jako antioxidanty, mohou být přidávány v množství od 0,005 % hmotnostního do 2 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku, lépe od 0,01 do 0,2 % hmotnostního a nejlépe od 0,035 do 0,1 % hmotnostního.

Pokud je stabilizátor přítomný jako činidlo působící proti redukci, s výhodou se používá v množství od 0,001 do 0,2 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Spoluaktivní změkčující povrchově aktivní látky

Změkčující povrchově aktivní látky, které jsou spoluaktivní s kationtovou povrchově aktivní látkou, mohou být začleněny v množství od 0,01 % hmotnostního do 20 % hmotnostních a lépe od 0,5 % hmotnostního do 10 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku. Upřednostňovanými spoluaktivními změkčujícími povrchově aktivními látkami jsou aminy s dlouhým alifatickým řetězcem a N-oxidy s dlouhým alifatickým řetězcem.

Parfémy

Prostředky podle předkládaného vynálezu mohou také obsahovat jeden nebo více z parfémů.

Pokud je přítomný, používá se parfém v koncentraci s výhodou od 0,01 % hmotnostního do 15 % hmotnostních, lépe od 0,05 % hmotnostního do 10 % hmotnostních a nejlépe od 0,1 % hmotnostního do 5 % hmotnostních například od 0,15 do 4,5 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Parfém je s výhodou hydrofobní a má hodnotu "C log P" rovnající se 2,5 nebo vyšší, lépe pak 3 nebo vyšší. Pro diskusi, týkající se "C log P" a způsobu výpočtu této hodnoty, viz WO 96/12785, přičemž v tomto spisu uvedený způsob výpočtu zmíněné hodnoty je zde začleněn jako odkaz.

Další volitelné přísady

Prostředky podle vynálezu mohou také obsahovat jednu nebo více z volitelných přísad, běžně začleňovaných do prostředků změkčujících tkaniny, jako jsou činidla pufrující pH, nosiče parfémů, fluorescenční činidla, barviva, hydrotropní činidla, protipěnová činidla, činidla zabraňující opětovnému usazování, polyelektrolyty, enzymy, optické

zjasňovače, čínidla působící proti srážení, čínidla působící proti mačkání, čínidla působící proti tvorbě skvrn, germicidy, fungicidy, protikorozi čínidla, čínidla napomáhající vyvěšení (splývavosti), antistatická čínidla, čínidla napomáhající žehlení, čínidla pro péči o pokožku, jak jsou popsána v EP 0789070 a zabarvující čínidla.

Mastné kyseliny

Prostředky podle vynálezu s výhodou v podstatě neobsahují volné mastné kyseliny, neboť pokud jsou tyto přítomné změkčujících prostředcích pro tkaniny na bázi triethanolaminu podle předkládaného vynálezu, vyvolávají významný vedlejší účinek, ovlivňující dlouhodobou stálost prostředku při vysoké teplotě (30 °C nebo vyšší).

Výraz "volné mastné kyseliny" označuje mastné kyseliny, které jsou přidávány do prostředku odděleně.

Pokud jsou volné mastné kyseliny obsaženy, jsou přítomné ve velmi malém množství, například 0,8 % hmotnostního nebo méně vzhledem k celkové hmotnosti prostředku, lépe 0,4 % hmotnostního nebo méně a nejlépe 0,3 % hmotnostního nebo méně, například 0,1 % hmotnostního nebo méně.

Pokud jsou volné mastné kyseliny obsaženy ve velkém množství, například v množství 1 % hmotnostního nebo větším, jsou zahuštěné změkčující prostředky pro tkaniny podle předkládaného vynálezu náchylné k nezvratnému zahuštění při dlouhodobém skladování při teplotě 37 °C.

Autoři vynálezu také zjistili, že pokud jsou mastné kyseliny přítomné v množství 1 % hmotnostního nebo větším vzhledem k celkové

hmotnosti prostředku, je změkčující účinnost prostředku významně snížena.

Velikost částice

Střední průměr částic změkčujících prostředků pro tkaniny podle předkládaného vynálezu je od 0,3 mikrometru do 7 mikrometrů, lépe od 0,4 mikrometru do 5 mikrometrů a nejlépe od 0,5 mikrometru do 4 mikrometrů, měřeno při 106 s^{-1} za použití přístroje Malvern Mastersizer. Střední průměr se měří za použití objemové průměrné velikosti částice $D[4,3]$ v Malvernově terminologii.

Mimo tyto meze je viskozitní stabilita, stálost prostředku významně snížena.

Viskozita výrobku

Prostředky podle vynálezu mají s výhodou počáteční viskozitu, jak zde byla definována, od 10 do 250 mPa.s, lépe od 15 do 200 mPa.s a nejlépe od 20 do 180 mPa.s při stříhové rychlosti 20 s^{-1} při 25°C , a dlouhodobou viskozitu, jak zde byla popsána, od 10 do 250 mPa.s, lépe od 15 do 200 mPa.s a nejlépe od 20 do 180 mPa.s při stříhové rychlosti 20 s^{-1} při 25°C . Veškerá měření jsou prováděna za použití Haakeho rotoviskometru MV1.

V neředěném stavu při teplotě místnosti je výrobek ve formě vodné disperze (rozptylu). S výhodou je výrobek vodnou disperzí lamelárních částic.

Prostředek podle vynálezu se s výhodou používá v máchacím cyklu domácího praní textilu, přičemž může být přidán přímo do pračky,

například do zásuvky zásobníku prášku. Před použitím může být naředěn, nebo může být přidáván v neředěném stavu. Prostředky mohou být použity také k domácímu ručnímu praní.

pH prostředku

Pokud je prostředek podle vynálezu rozptýlen ve vodě, má roztok s výhodou pH od 1,5 do 5.

Zpracování

Prostředky podle předkládaného vynálezu jsou vyráběny jakýmkoliv vhodným způsobem. S výhodou je směs podrobena vysokému stříhu ještě před dosažením teploty fázové přeměny změkčující sloučeniny po takové časové období, které dostačuje k dosažení viskozity v rozmezí od 10 do 250 mPa.s při stříhové rychlosti 20 s^{-1} , měřené prostřednictvím Haakeho rotoviskometru MV1 při 25°C .

Vysokého stříhu je možné dosáhnout za použití statických nebo dynamických mlýnů s výhodou, nevšak výhradně, ve vedlejší smyčce (okruhu). Příklady dynamických mlecích zařízení zahrnují mlýny za vysokého stříhu Janke-Kunkel nebo Silverson. Příklady statických mlecích zařízení zahrnují jehlové ventily a tryskové desky. Odborníkovi v oboru budou zřejmě i jiné metody pro dosažení vysokého stříhu.

V kontextu předkládaného vynálezu je vysoký stříh definován jako stříh, vynaložený při úhlové rychlosti od 3 000 do 10 000 (otáček za minutu), přičemž počet dávkových objemů, které prošly mlýnem při teplotě nižší než je přechodová teplota fáze, je od 0,5 do 4 dávkových objemů.

Odborníkovi v oboru bude zřejmé, že při nižších úhlových rychlostech budou vyžadovány větší dávkové objemy a naopak, že při vyšších úhlových rychlostech budou vyžadovány nižší dávkové objemy.

Teplota fázové přeměny

Prostředky změkčující tkaniny, které zahrnují vodnou disperzi vodou nerozpustné kationtové sloučeniny změkčující tkaniny, existují při teplotě okolí ve fázi, která je disperzí (rozptylem) lamelárních kapének, přičemž řetězce kationtového změkčovadla existují v pevném nebo v krystalickém stavu (lamelární fáze $L\beta$). S rostoucím zvyšováním teploty prochází dispergovaná fáze přeměnou na lamelární fázi $L\alpha$, kde řetězce kationtového změkčovadla (v přítomnosti nebo v nepřítomnosti spoluaktivních látek) budou existovat ve fluidnějším nebo kapalnějším stavu.

Teplota, při níž dochází k přeměně, se označuje jako "teplota fázové přeměny". Vyšší stříh se s výhodou vynakládá při teplotě nižší, než je tato teplota fázové přeměny. Ovšem stříh může být přídavně vynakládán i při vyšších teplotách.

U nasycených, tkaniny změkčujících sloučenin na bázi triethanolaminu je teplota fázové přeměny v rozmezí od 30 °C do 65 °C a bude odborníkovi v tomto oboru zřejmá.

Pokud změkčující materiál vykazuje více než jednu teplotu fázové přeměny, pak musí být vysoký stříh vynakládán při teplotě nedosahující nižší teploty fázové přeměny, ačkoliv kromě toho může být vynakládán i nad touto teplotou.

Různou úroveň a trvání stříhu lze použít ke řízení viskozity konečného výrobku.

Příklady provedení vynálezu

Vynález bude nyní ozřejmen prostřednictvím následujících příkladů, na něž se neomezuje. Odborníkovi v oboru budou zřejmé další modifikace, spadající do rozsahu předkládaného vynálezu.

Příklady předkládaného vynálezu jsou označovány číslicí, zatímco srovnávací příklady jsou označovány písmenem.

Pokud není uvedeno jinak, jsou veškeré hodnoty uváděny v procentech hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Prostředky 1 až 8 a A až D byly připraveny podle níže uvedeného způsobu 1.

Způsob 1

Kationtový změkčující materiál, neiontový povrchově aktivní stabilizátor viskozity a volitelně i alkohol s dlouhým alifatickým řetězcem se smíchají za míchání a zahřívání k vytvoření roztavené předběžné směsi (premixu). V oddělené nádobě se za míchání zahřívá voda a volitelně i protipěnové činidlo a konzervační látka. Roztavená předběžná směs se pomalu přidává k obsahu této nádoby, s výhodou za míchání, až dokud se nedosáhne její homogenity. Výsledná směs se pozvolna ochladí na teplotu právě převyšující teplotu místnosti. Po celou tuto dobu pokračuje míchání.

Poté mohou být přidány přídatné, volitelně přidávané přísady. Během tohoto postupu je materiál podrobován vysokému stříhu, jak byl popsán výše, při teplotě nižší než je teplota fázové přeměny kationtového změkčujícího materiálu, tak dlouho, dokud není dosaženo přijatelné viskozity.

Prostředky vytvořené tímto způsobem obsahují částice, mající střední průměr od 0,3 mikrometru do 7 mikrometrů (měření se provádějí při 106 s^{-1} za použití přístroje Malvern Mastersizer na základě D[4,3].

Prostředky jsou uvedeny níže, v Tabulce 1.

19.05.03

Tabulka 1

příklad	A	B	1	2	3	4	5	6	7	8	C	D
kationt. povrch. aktivní látka ^a	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12	12	12	12	12
neiont. stabilizátor viskozity ^b	1,8	2	0,75	0,75	0,75	0,75	0,6	0,75	0,75	0,75	1,6	1,6
alkohol s dl. alif. řetězcem ^c	-	-	0,75	0,5	0,6	0,75	0,6	0,5	0,6	0,75	-	-
konzervační látka	minoritní											
barvivo												
protipěnění činidlo												
parfém	0,95											
voda	do 100											

^a Tetranyl AHT1 (od firmy Kao). Ztužený kvarterní amoniový, esterově vázaný materiál na bázi triethanolaminu a mající N menší než 1.

^b Genapol C200. Kokosový-20 EO (od firmy Clariant).

^c Hydrenol S3. Lojový alkohol (od firmy Sidobre Sinnova).

Výsledky jsou uvedeny v Tabulce 2

Tabulka 2

doba sklad. (dny/týdny)	střih. rychlost (s ⁻¹)	příklad											
		A	B	1	2	3	4	5	6	7	8	C	D
0 dnů při 25 °C	20	92	128	169	103	148	145	111	123	118	107	129	112
	106	43	52	86	54	69	63	54	68	60	53	61	53
1 den při 25 °C	20	91	-	133	86	102	90	76	90	87	74	98	122
	106	40	-	67	39	45	42	36	48	42	39	49	54
4 týdny při 37 °C	20	421	445	210	112	127	116	103	124	115	110	289	435
	106	155	174	105	60	63	52	56	51	51	52	115	147
6 týdnů při 37 °C	20	-	-	-	77	89	-	-	-	-	-	-	-
	106	-	-	-	45	42	-	-	-	-	-	-	-

Viskozitní měření byla prováděna za použití Haakeho Rotoviskometru (MV1) při popsaných střihových rychlostech a při teplotě 25 °C.

Srovnání výsledků, týkajících se stálosti viskozity pro příklady A až D s příklady 1 až 8 prokazuje, že dochází k významnému zlepšení stálosti prostředků při skladování (zvláště stálosti při skladování za vysoké teploty) pokud je celkové množství neiontového stabilizátoru viskozity a alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem v prostředcích omezeno na 1,5 % hmotnostního nebo menší hodnotu.

Vynález byl popsán pouze cestou příkladu. Další modifikace, spadající do rozsahu tohoto vynálezu, budou odborníkovi v oboru zřejmé.

Zastupuje:

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Změkčující vodný prostředek pro tkaniny, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje

- (a) 7,5 % hmotnostního až 60 % hmotnostních kationtové, tkaniny změkčující sloučeniny o vzorci (I) jak je zde uveden, přičemž tato sloučenina má jeden nebo více uhlovodíkových řetězců, tvořených matečnými acylovými sloučeninami o dlouhém alifatickém řetězci a/nebo matečnými mastnými kyselinami, které mají jodové číslo od 0 do 20; a
- (b) 0,01 % až 1,5 % hmotnostního neiontové, povrchově aktivní látky jako modifikátoru viskozity; a
- (c) nejvýše 1,4 % hmotnostního alkoholu s dlouhým alifatickým řetězcem;

kde kombinace (b) a (c) nepřevyšuje 1,5 % hmotnostního vzhledem k celkové hmotnosti prostředku a tento prostředek obsahuje částice, mající střední průměr od 0,3 do 7 mikrometrů, měřený za použití přístroje Malvern Mastersizer.

2. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jodové číslo matečné mastné kyseliny nebo matečné acylové sloučeniny s dlouhým alifatickým řetězcem o vzorci I je od 0 do 5.

3. Prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že neiontová povrchově aktivní látka zahrnuje C₁₀₋₂₂ alkohol s dlouhým alifatickým řetězcem, ethoxylovaným 6-25 moly ethylenoxidu.

4. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že neiontová povrchově aktivní látka je přítomna v množství od 0,4 do 1,2 % hmotnostního.

5. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že hmotnostní poměr změkčující sloučeniny (a) a spojené hmotnosti sloučenin (b) a (c) je 5:1 až 50:1.

6. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje olej.

7. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje alkohol o nízké molekulové hmotnosti.

8. Prostředek podle nároku 7, v y z n a č u j í c í s e t í m, že alkohol o nízké molekulové hmotnosti je přítomný v množství od 0,15 % do 16 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

9. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že diesterová složka změkčující sloučeniny (a) zahrnuje nejvýše 55 % hmotnostních materiálu změkčujícího tkaniny.

10. Prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y - z n a č u j í c í s e t í m, že změkčující sloučenina (a) je přítomna v množství od 9 do 25 % hmotnostních vzhledem k celkové hmotnosti prostředku.

Zastupuje: