



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201629295 A

(43)公開日：中華民國 105 (2016) 年 08 月 16 日

(21)申請案號：104132703

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 10 月 05 日

(51)Int. Cl. : *D06M13/463 (2006.01)*

(30)優先權：2014/10/08 歐洲專利局 14188042.7

(71)申請人：贏創德固賽有限責任公司(德國) EVONIK DEGUSSA GMBH (DE)
德國(72)發明人：科勒 漢斯尤根 KOEHLE, HANS-JUERGEN (DE)；德克勒克 馬克 DECLERCQ,
MARC JOHAN (BE)；賽維恩 彼得 SAVEYN, PIETER JAN MARIA (BE)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：13 項 圖式數：0 共 25 頁

(54)名稱

織物軟化劑活性組成物

FABRIC SOFTENER ACTIVE COMPOSITION

(57)摘要

一種織物軟化劑活性組成物，其包含至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 A，該組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值(以游離脂肪酸計算)為 0.5 至 50；及具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 B，且其中組分 B 對組分 A 之莫耳比為 0.05 至 0.20。

A fabric softener active composition, comprising as component A at least 50 % by weight of a bis-(2-hydroxypropyl)-dimethylammonium methylsulphate fatty acid ester having a molar ratio of fatty acid moieties to amine moieties of from 1.5 to 1.99, an average chain length of the fatty acid moieties of from 16 to 18 carbon atoms and an iodine value of the fatty acid moieties, calculated for the free fatty acid, of from 0.5 to 50, and as component B a (2-hydroxypropyl)-(1-methyl-2-hydroxyethyl)-dimethylammonium methylsulphate fatty acid ester having the same fatty acid moieties as component A, and wherein the molar ratio of component B to component A is from 0.05 to 0.20.

201629295

發明摘要

※申請案號：104132703

※申請日：104 年 10 月 05 日

※IPC 分類：D26M 13/463 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

織物軟化劑活性組成物

Fabric softener active composition

【中文】

一種織物軟化劑活性組成物，其包含至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 A，該組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值（以游離脂肪酸計算）為 0.5 至 50；及具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸（2-羥丙基）-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 B，且其中組分 B 對組分 A 之莫耳比為 0.05 至 0.20。

【 英文 】

A fabric softener active composition, comprising as component A at least 50 % by weight of a bis-(2-hydroxypropyl)-dimethylammonium methylsulphate fatty acid ester having a molar ratio of fatty acid moieties to amine moieties of from 1.5 to 1.99, an average chain length of the fatty acid moieties of from 16 to 18 carbon atoms and an iodine value of the fatty acid moieties, calculated for the free fatty acid, of from 0.5 to 50, and as component B a (2-hydroxypropyl)-(1-methyl-2-hydroxyethyl)-dimethylammonium methylsulphate fatty acid ester having the same fatty acid moieties as component A, and wherein the molar ratio of component B to component A is from 0.05 to 0.20.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無

【本代表圖之符號簡單說明】：無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：
無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

織物軟化劑活性組成物

Fabric softener active composition

【技術領域】

[0001] 本發明係關於具有高軟化性能且提供具有良好貯存安定性及高黏度之水性調配物的織物軟化劑活性組成物。

【先前技術】

[0002] 已發現帶有兩個疏水性長鏈烴部分之四級銨鹽作為織物軟化劑活性劑的廣泛用途。每個分子平均經兩個脂肪酸部分酯化之烷醇胺的四級銨鹽（通常稱為酯四級銨鹽（ester quat））因其生物降解性而大幅替代先前的烷基四級銨化合物。

[0003] 就用於沖洗循環軟化劑產品而言，軟化劑活性組成物必須符合數個且有時互相矛盾的要求：

- 在柔軟觸感及織物再濕性方面的高軟化性能，以及
- 呈具有高分散液黏度之水性分散液的良好貯存安定性。

[0004] 已發現最廣技術性用途且現今設立軟化性能標準的酯四級銨鹽為甲基硫酸甲基三乙醇銨脂肪酸二酯及

氯化二甲基二乙醇銨脂肪酸二酯。然而，該等織物軟化劑活性劑的水性分散液的安定性有限且此等水性分散液在超過 40℃ 之溫度下的長期貯存經常造成分散液黏度不可接受的升高或造成軟化劑活性劑沉降。再者，該等織物軟化劑活性劑在不添加溶劑的情況下，因其高熔點及熔融黏度以及該等織物軟化劑活性劑之有限熱及水解安定性而無法處理及加工成水性分散液。因此，彼等經常在具有 5 至 15 重量%乙醇或異丙醇之含量的情況下輸送及加工，因溶劑之可燃性緣故，此需要額外的防護措施。

[0005] EP 0 293 955 A2 及 EP 0 302 567 A2 揭示具有高貯存安定性且在貯存期間黏度變化小的水性織物軟化劑分散液以及此等分散液的製備方法。該等組成物含有雙-(2-羥丙基)-二烷基銨鹽脂肪酸二酯作為呈次微米粒子形式的織物軟化劑活性劑。然而，該等分散液之製備需要加工與 5 至 50 重量%之 C1-C4 一元醇混合的織物軟化劑活性劑。在該等實例中，使用氯化雙-(2-羥丙基)-二甲銨棕櫚酸二酯作為織物軟化劑活性劑且使用異丙醇作為溶劑。

[0006] DE 24 30 140 C3 揭示雙-(2-羥丙基)-二烷基銨鹽脂肪酸二酯用於提供液態織物軟化劑活性劑。實施例 2 揭示藉由反應莫耳比為 1:1 之平均鏈長為 19 至 20 個碳原子且包含 90 重量%不飽和脂肪酸部分的雙-(2-羥丙基)-甲胺脂肪酸二酯與硫酸二甲酯進行甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸二酯之製備。

[0007] EP 1 018 541 A1 揭示包含酯四級銨鹽及烷氧基化酚或支鏈 C3-C6 醇溶劑的透明織物軟化組成物。實施例 6 揭示含有脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.8 之衍生自平均鏈長為 18 個碳原子且碘值為約 150 的脂肪酸之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯的組成物。當製備該組成物時，酯四級銨鹽活性劑係藉由添加 10 重量%異丙醇來加工，如段落[0026]中所揭示。

[0008] WO 00/06678 揭示據稱具有低熔點與高水解安定性之支鏈烷醇胺的不完全酯化之酯四級銨鹽，且提出留下平均一個未酯化之烷醇胺的羥基。實施例 50 揭示藉由四級化脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.26 之衍生自鏈長為 12 至 14 個碳原子的脂肪酸之雙-(2-羥丙基)-甲胺脂肪酸酯所製成的甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯。

[0009] DE 36 08 093 A1 揭示包含具有兩個醯基之酯四級銨鹽、為該酯四級銨鹽之量的 1/70 至 1/3 之量的脂肪酸或其鹼鹽以及總量為該酯四級銨鹽之量的 1/6 至兩倍之水、甘油以及額外有機溶劑的溶劑組合物之濃縮水性織物軟化組成物。實施例 4 揭示含有 45 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨油酸二酯、1 重量%之牛脂脂肪酸鈉鹽、11.5 重量%之水、11.5 重量%之甘油、17.5 重量%之 2 丙醇、6 重量%之丙二醇及 3 重量%之二丙二醇的組成物。

[0010] DE 24 30 140 C3、EP 1 018 541 A1 及

WO 00/06678 中所揭示之酯四級銨鹽活性劑具有低熔點，但因脂肪酸部分之不飽和程度高或單酯四級銨鹽組分含量高之故而提供不充足的軟化性能。另一方面，如 EP 302 567 A2 中所揭示，衍生自從具有低不飽和程度的脂肪酸所製成的具有低單酯四級銨鹽含量的雙-(2-羥丙基)-甲胺之相似酯四級銨鹽提供所要軟化性能，但顯示高熔點及熔融黏度且因此需要添加用於處理及加工的溶劑。

[0011] WO 2011/120822 A1 揭示揭示包含至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯（其脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值（以游離脂肪酸計算）為 0.5 至 50），及 0.5 至 5 重量%之脂肪酸的織物軟化劑活性組成物。該織物軟化劑活性組成物可進一步包含少量甲基硫酸（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-二甲銨脂肪酸酯、甲基硫酸雙-（1-甲基-2-羥乙基）-二甲銨脂肪酸酯、（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺脂肪酸酯及雙-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺脂肪酸酯。然而，WO 2011/120822 A1 未揭示因該等微量組分存在所造成的任何技術影響。

【發明內容】

[0012] 現已發現基於從具有特定鏈長與特定不飽和程度的脂肪酸所製成且具有特定的脂肪酸部分對胺部分之

莫耳比的甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸酯之織物軟化劑活性組成物若含有特定量的包含相同脂肪酸部分之甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲胺，則彼等提供經改良貯存安定性及提高之黏度的水性分散液。

[0013] 因此本發明係關於一種織物軟化劑活性組成物，其包含至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸酯作為組分 A，該組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值（以游離脂肪酸計算）為 0.5 至 50；及具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲胺脂肪酸酯作為組分 B，其中組分 B 對組分 A 之莫耳比為 0.05 至 0.20。

[0014] 本發明亦關於製造此等組成物之方法，其包括使含有莫耳比為 0.05 至 0.20 之(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-甲胺和雙-(2-羥丙基)-甲胺的混合物與平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且碘值為 0.5 至 50 之脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下反應，並在 160 至 220°C 之溫度下移除水，直到該反應混合物的酸值在 1 至 10 mg KOH/g 之範圍，及進一步與硫酸二甲酯在硫酸二甲酯對胺之莫耳比為 0.90 至 0.97，較佳為 0.92 至 0.95 下反應，直到該反應混合物的總胺值在 1 至 8 mg KOH/g 之範圍。

[0015] 本發明之織物軟化劑活性組成物包含至少 50 重量 % 之甲基硫酸雙 - (2-羥丙基) - 二甲銨脂肪酸酯作為組分 A。相較於 EP 0 293 955 A2 及 EP 0 302 567 A2 中所使用的氯化物鹽，使用甲基硫酸鹽令人意外地提供該組成物之較低熔點與對該組成物之水性分散液的較佳水解安定性。

[0016] 組分 A 為式

$(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ 之至少一種二酯與式

$(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ 之至少一種單酯，其中 R 為脂肪酸部分 RCOO 的烴基。

組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，且較佳為 1.85 至 1.99。該指定的莫耳比對於同時獲致組成物之高軟化性能及低熔點而言是必要的。在 1.85 至 1.99 範圍中之莫耳比在陰離子界面活性劑不存在或此等界面活性劑為低濃度時提供高軟化性能。具有此種莫耳比之織物軟化劑活性組成物因此可用於製造欲用於在添加沖洗循環軟化劑之前衣物係在洗滌之後沖洗數次的洗衣應用之沖洗循環軟化劑。在 1.5 至低於 1.85 之範圍的莫耳比在陰離子界面活性劑存在下提供良好軟化性能。具有此種莫耳比之織物軟化劑活性組成物因此可用於製造欲用於將沖洗循環軟化劑添加至緊接在洗滌之後的沖洗中之洗衣應用的沖洗循環軟化劑。

[0017] 組分 A 之脂肪酸部分係衍生自式 RCOOH (其

中 R 為脂肪酸部分 RCOO 的烴基）之脂肪酸的混合物。
該烴基可為支鏈或非支鏈，且較佳為非支鏈。

[0018] 該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且從游離脂肪酸所計算的碘值為 0.5 至 50。平均鏈長較佳為 16.5 至 17.8 個碳原子。較佳地，該脂肪酸部分的碘值為 1.0 至 50，更佳為 2 至 50，又更佳為 5 至 40，且最佳為 15 至 35。平均鏈長係根據脂肪酸之混合物中的個別脂肪酸之重量分率計算。就支鏈脂肪酸而言，鏈長係指碳原子之最長連續鏈。碘值為 100 g 脂肪酸之雙鏈的反應所消耗的碘量（以 g 計），其係以 ISO 3961 之方法測定。為了提供所要的平均鏈長及碘值，脂肪酸部分係衍生自包含飽和與不飽和脂肪酸二者的脂肪酸之混合物。不飽和脂肪酸較佳為單不飽和脂肪酸。組分 A 較佳包含少於 6 重量 % 之多不飽和脂肪酸部分。適用之飽和脂肪酸的實例為棕櫚酸及硬脂酸。適用之單不飽和脂肪酸的實例為油酸及反油酸。不飽和脂肪酸部分之順反式比較佳係高於 55:45 且更佳係高於 65:35。多不飽和之脂肪酸部分的分率可藉由選擇性觸摸氫化（touch hydrogenation）而減少，該選擇性觸摸氫化係將 $-CH=CH-CH_2-CH=CH-$ 子結構中之一個雙鍵而非單不飽和烴基之雙鍵選擇性氫化的氫化作用。該指定之平均鏈長及碘值對同時獲致組成物之高軟化性能及低熔點而言是必要的。若平均鏈長少於 16 個碳原子或碘值高於 50，軟化性能不符要求，然而若平均鏈長超過 18 個碳原子，則組成物之熔點會變得太高。

[0019] 該脂肪酸部分可衍生自天然來源或合成來源之脂肪酸，且較佳係衍生自天然來源之脂肪酸，最佳係來自植物來源之脂肪酸。所需要的碘值可藉由使用已具有此種碘值之天然來源的脂肪酸混合物（例如牛脂脂肪酸）來提供。或者，所需要的碘值可藉由脂肪酸混合物或具有較高碘值的三酸甘油酯混合物的部分氫化來提供。在另外且較佳實施態樣中，所需要的碘值係藉由混合具有較高碘值之脂肪酸混合物與飽和脂肪酸之混合物來提供。該等飽和脂肪酸之混合物可藉由氫化含有不飽和脂肪酸的脂肪酸混合物或從經氧化之三酸甘油酯混合物（諸如經氫化之植物油）而獲得。

[0020] 本發明之織物軟化劑活性組成物進一步包含具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-二甲銨脂肪酸酯作為組分 B。

[0021] 組分 B 較佳為式

$(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$
 $\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ 之至少一種二酯、式

$(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$
 之至少一種單酯以及式

$(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$
 之至少一種單酯的混合物，其中 R 為與組分 A 中之相同脂肪酸部分 RCOO 的烴基。

[0022] 本發明之織物軟化劑活性組成物較佳包含組含量為 85 至 99 重量%之組分 A 及組分 B。

[0023] 本發明之織物軟化劑活性組成物可進一步包含除組分 A 及組分 B 以外的脂肪酸。該組成物較佳包含 0.5 至 5% 且更佳為 2 至 5 重量%之脂肪酸。該脂肪酸可作為游離脂肪酸或呈脂肪酸與非四級化之雙-(2-羥丙基)-甲胺酯形式存在。該織物軟化劑活性組成物較佳包含脂肪酸混合物，該脂肪酸混合物較佳為天然來源，且最佳為植物來源。最佳地，組分 A 之脂肪酸部分係衍生自與以 0.5 至 5 重量%之量存在於該組成物中的相同脂肪酸混合物。額外脂肪酸之存在提供該組成物低熔點而不損及呈水性分散液之貯存安定性。藉由將脂肪酸的量調整至主張之範圍內，可在不使用任何溶劑或稀釋劑的情況下製成具有低熔融黏度本發明之組成物。此等組成物使得能製造不含溶劑或含最少量溶劑之水性沖洗循環軟化劑分散液。

[0024] 本發明之織物軟化劑活性組成物較佳含有少於 2 重量%，且更佳係少於 0.5 重量%之水。具有此種低水含量之組成物顯示在熔融狀態的經改良貯存安定性，因此可在不損及產品品質的情況下作為液體貯存及輸送。包含更多水的組成物顯示遠較高之熔融黏度，因此難以加工成水性分散液。

[0025] 本發明之織物軟化劑活性組成物較佳包含少於 10 重量%且更佳係少於 1 重量%之閃點低於 20°C 的溶劑。

[0026] 在本發明一實施態樣中，本發明之織物軟化劑活性組成物包含至高達 9.9 重量%，且較佳至高達 5 重

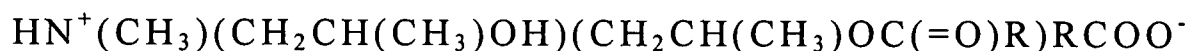
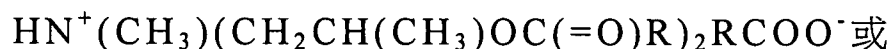
量%之至少一種選自下列的溶劑：甘油、乙二醇、丙二醇、二丙二醇以及乙二醇、丙二醇及二丙二醇之 C1-C4 烷基單醚。適當的二醇 C1-C4 烷基單醚之實例為 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇、2-丁氧基乙醇、1-甲氧基-2-丙醇、二丙二醇單甲醚及二丙二醇單丁醚。根據該實施態樣之組成物具有低熔融黏度以及接近牛頓熔融流變（即，在抗剪強度下顯示少許變化的黏度）之優點。

[0027] 在另一實施態樣中，本發明之織物軟化劑活性組成物包含 2 至 8 重量%之具有平均鏈長為 10 至 14 個碳原子之脂肪酸部分且碘值（以游離脂肪酸計算）為 0 至 15 的脂肪酸三酸甘油酯。根據該實施態樣之組成物亦具有低熔融黏度以及接近牛頓熔融流變（即，在抗剪強度下顯示少許變化的黏度）之優點。

[0028] 在較佳的替代性實施態樣中，存在於該織物軟化劑活性組成物中的溶劑之量低於 5 重量%且更佳係低於 1 重量%。根據該實施態樣之組成物可進一步以熔融狀態加工處理以提供水性無溶劑的分散液。

[0029] 除了組分 A 及組分 B 以及隨意的溶劑之外，本發明之織物軟化劑活性組成物較佳可進一步包含 1.5 至 10 重量%之含有與組分 A 相同脂肪酸部分的雙-（2-羥丙基）-甲胺脂肪酸酯。該雙-（2-羥丙基）-甲胺脂肪酸酯較佳為式 $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2$ 之至少一種二酯與式 $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})$ 之至少一種單酯的混合物。若織物軟化劑活性組成物額外包含脂

肪酸，則一部分該雙-(2-羥丙基)-甲胺脂肪酸酯可以鹽形式存在。此等鹽具有結構



。該雙-(2-羥丙基)-甲胺脂肪酸酯以特定量存在進一步降低該組成物的熔點，而不會損及軟化性能及呈水性分散液之貯存安定性。在該實施態樣中，該組成物可進一步含有(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-甲胺脂肪酸酯，其較佳為式

$(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$ 之至少一種二酯、式

$(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$ 之至少一種單酯及式

$(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH})$ 之至少一種單酯的混合物。

[0030] 本發明之織物軟化劑活性組成物亦可進一步包含少量甲基硫酸雙-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲銨脂肪酸酯及雙-(1-甲基-2-羥乙基)-甲胺脂肪酸酯。

[0031] 本發明之織物軟化劑活性組成物可用於將來自四級銨鹽之製造者的織物軟化劑活性劑供應給消費產品製造者且進一步加工成消費產品，諸如沖洗循環織物軟化劑或織物柔軟烘衣紙(fabric softening drier sheets)。該織物軟化劑活性組成物在運送、貯存及進一步加工期間安定且安全，且具有低水含量的組成物對於酯之水解方面特

別安定。該組成物中之高濃度織物軟化劑活性劑節省運送成本。織物軟化劑活性組成物可藉由將熔融織物軟化劑活性組成物分散在熱水或熱水溶液中然後冷卻、在分散該織物軟化劑活性組成物之前或之後添加其他組分（諸如電解質、染料、香料、增稠劑或消泡劑）而加工成沖洗循環織物軟化劑。該織物軟化劑活性組成物可藉由將其他組分（諸如例如香料）添加至該熔融織物軟化劑活性組成物、以所得之混合物浸漬片狀材料、冷卻並將經浸漬片狀材料切成所希望尺寸而加工成烘衣紙。

[0032] 本發明之織物軟化劑活性組成物可藉由使含有莫耳比為 0.05 至 0.20 之（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺和雙-（2-羥丙基）-甲胺的胺混合物與平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且碘值為 0.5 至 50 之脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下反應，且以硫酸二甲酯四級化所得之產物。含有適當莫耳比之（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺和雙-（2-羥丙基）-甲胺的胺混合物可藉由在適當反應條件下使甲胺與環氧丙烷反應而製備，且可購自 BASF 及 Lanxess。

[0033] 較佳地，本發明之織物軟化劑活性組成物係藉由本發明方法製備，該方法包括使含有莫耳比為 0.05 至 0.20 之（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺和雙-（2-羥丙基）-甲胺的混合物與平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且碘值為 0.5 至 50 之脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下反應，並在 160 至 220℃ 之溫度下移除

水，直到該反應混合物的酸值在 1 至 10 mg KOH/g 之範圍，及進一步與硫酸二甲酯在硫酸二甲酯對胺之莫耳比為 0.90 至 0.97，較佳為 0.92 至 0.95 下反應，直到該反應混合物的總胺值在 1 至 8 mg KOH/g 之範圍。

[0034] 在本發明方法的第一步驟中，使胺之混合物與脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下，較佳為 1.86 至 2.0 反應，並移除水。該反應係在 160 至 220°C 之溫度下進行。水較佳係藉由蒸餾而從該反應混合物移除。在反應過程期間，壓力較佳係從周圍壓力降至 100 至 5 mbar 之壓力以加強水的移除。該第一步驟可在酸性觸媒存在下進行，該酸性觸媒較佳用量為 0.05 至 0.2 重量%。適用之酸性觸媒為甲磺酸、對甲苯磺酸及次磷酸。該反應係進行至直到該反應混合物的酸值在 1 至 10 mg KOH/g 之範圍。酸值係根據 ISO 660 藉由使用標準化鹼性溶液滴定來測定，且計算為每 g 樣本之 mg KOH。該反應然後可藉由冷卻至低於 80°C 之溫度停止，以避免脂肪酸進一步反應且維持最終產物中的未反應脂肪酸。

[0035] 在本發明方法的第二步驟中，使於第一步驟中所獲得的反應混合物與硫酸二甲酯在硫酸二甲酯對胺之為 0.90 至 0.97，且較佳為 0.92 至 0.95 之下反應。該反應較佳係在 60 至 100°C 之溫度下進行。該反應係進行至直到該反應混合物的總胺值在 1 至 8 mg KOH/g 之範圍。總胺值係根據國油脂化學會（American Oil Chemists Society）之方法 Tf 2a-64 藉由過氯酸以非水性滴定來測

定，且計算為每 g 樣本之 mg KOH。

[0036] 本發明方法具有除了酯化及四級化等步驟以外不需要任何其他步驟的情況下提供含有組分 A 及組分 B 以及游離脂肪酸的本發明織物軟化劑活性組成物之優點。

[0037] 本發明係以下列實施例說明，然而該等實例無意在任何方面限制本發明之範疇。

【實施方式】

實施例

實施例 1

[0038] 在配備溫度計、機械式攪拌器及精餾管柱之電熱式反應器中放置 1372 g (4.98 mol) 碘值為 19.5 且脂肪酸部分之平均鏈長為 17.3 的部分經氫化之植物脂肪酸與 0.2 重量%之 50 重量%次磷酸。在攪拌下添加 380 g (2.58 mol) 之含有 93 重量%之雙-(2-羥丙基)-甲胺和 7 重量% (2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-甲胺的胺混合物。將所得混合物在攪拌下加熱至 190°C 並在周圍壓力下保持該溫度 4 小時，經由該精餾管柱餾除水。然後將壓力降至 10 mbar 且在 190°C 下進一步該混合物，以真空泵移除水直到該反應混合物之酸值達到 6.7 mg KOH/g。然後將所得混合物冷卻至 70°C，添加 299.7 g (2.37 mol) 之硫酸二甲酯，且在 70 至 90°C 下攪拌所得混合物 2 小時。

[0039] 所得織物軟化劑活性組成物在 90°C 為黏性液

體，總胺值為 4.8 mg KOH/g。HPLC 分析（Waters Spherisorb[®] SCX 管柱，甲醇洗提液並使用甲酸三乙胺緩衝劑，RI 偵測）顯示該甲基硫酸雙-（2-羥丙基）-二甲胺脂肪酸酯係由 8.2%之單酯及 91.8%之二酯所構成（相對面積百分比）。該組成物之 ¹³C NMR 光譜顯示甲基硫酸雙-（2-羥丙基）-二甲胺脂肪酸單酯、甲基硫酸雙-（2-羥丙基）-二甲胺脂肪酸二酯及（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-二甲胺甲基硫酸脂肪酸二酯的莫耳比為 0.14:0.75:0.11。

實施例 2（對照實例）

[0040] 將 237 g（2.34 mol）三乙胺添加至 176.6 g（1.2 mol）雙-（2-羥丙基）-甲胺於 2500 g 二氯甲烷中之溶液。在攪拌下逐滴添加 690 g（2.34 mol）從實施例 1 所使用的脂肪酸所製備之脂肪醯氯並冷卻以使溫度保持在 40 至 45℃ 之範圍。該混合物於此溫度下再攪拌 12 小時，冷卻至周圍溫度且添加 4000 g 二氯甲烷。所得溶液係以飽和 NaCl 水溶液、Ca(OH)₂ 水溶液及 50 重量%之 K₂CO₃ 水溶液洗滌數次並以 Na₂SO₄ 乾燥之。餾除二氯甲烷以提供 628 g 酸值 2.3 mg KOH/g 之酯胺混合物。

[0041] 於 65 至 90℃ 下將 108.5 g（0.86 mol）之硫酸二甲酯添加至該酯胺混合物且所得混合物係在此溫度下 2 小時。

[0042] 所得織物軟化劑活性組成物在 90℃ 為黏性液

體，總胺值為 5.5 mg KOH/g。HPLC 分析顯示該甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸酯係由 6.2%之單酯及 93.8%之二酯所構成(相對面積百分比)。該組成物之 ^{13}C NMR 光譜顯示甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸單酯及甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸二酯(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲胺甲基硫酸的莫耳比為 0.084:0.916，但無甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲胺脂肪酸酯。

實施例 3 (對照實例)

[0043] 使用 95.5 重量%之雙-(2-羥丙基)-甲胺及 4.5 重量%之(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-甲胺的混合物代替純雙-(2-羥丙基)-甲胺來重複實施例 2。獲得 641 g 酸值為 2.6 mg KOH/g 之酯胺混合物且如實施例 2 般與 107.1 g (0.85 mol) 之硫酸二甲酯反應。

[0044] 所得織物軟化劑活性組成物在 90°C 為黏性液體，總胺值為 5.9 mg KOH。該組成物之 ^{13}C NMR 光譜顯示甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸單酯、甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲胺脂肪酸二酯及(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲胺甲基硫酸 脂肪酸二酯的莫耳比為 0.10:0.86:0.04。

實施例 4

[0045] 如下製備含有 7.7 重量%之實施例 1 的織物軟

化劑活性組成物、0.044 重量%之甲酸、0.01 重量%之 HCl、0.02 重量%之 CaCl_2 、0.007 重量%之羥亞乙基-1,1-二膦酸單鈉鹽 (NaHEDP)、0.1 重量%之聚二甲基矽氧烷 Dow Corning® MP-10 消泡乳液、2.4 重量%之香料、低於 0.1 重量%之染料及其餘部分為水的沖洗循環織物軟化劑。

[0046] 在使用 Rushton 渦輪機攪拌下將預熱至 85°C 之織物軟化劑活性組成物添加至維持在 63 至 64°C 的水、甲酸、HCl、 CaCl_2 及 NaHEDP 之混合物。將所得分散液冷卻至室溫且添加其他組分並使用高速剪切混合器在 8000 min^{-1} 下攪拌 15 秒。

[0047] 所得之沖洗循環織物軟化劑在 24 小時之後使用 Brookfield® DV-E 黏度計於 20°C 且旋轉速度為 60 min^{-1} 之下測得具有黏度 $742\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 。

實施例 5 (對照實例)

[0048] 使用實施例 2 之織物軟化劑活性組成物重複實施例 4。

[0049] 所得之沖洗循環織物軟化劑具有黏度 $49\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 。

實施例 6 (對照實例)

[0050] 使用實施例 3 之織物軟化劑活性組成物重複實施例 4。

[0051] 所得之沖洗循環織物軟化劑具有黏度 281 mPa*s。

實施例 7

[0052] 使用 5.2 重量%之實施例 1 的織物軟化劑活性組成物、0.045 重量%之甲酸、0.01 重量%之 HCl、0.02 重量%之 CaCl_2 、0.007 重量%之羥亞乙基-1,1-二膦酸單鈉鹽 (NaHEDP)、0.1 重量%之聚二甲基矽氧烷 Dow Corning® MP-10 泡乳液、2.2 重量%之香料、0.03 重量%之陽離子丙烯酸系聚合物增稠劑 Rheovis® CDE (由 BASF 供應)、低於 0.1 重量%之染料及其餘部分為水重複實施例 4。

[0053] 所得之沖洗循環織物軟化劑具有黏度 44 mPa*s。在 20°C 下貯存 3 週後未觀察到相分離。

實施例 8 (對照實例)

[0054] 使用實施例 2 之織物軟化劑活性組成物重複實施例 7。

[0055] 所得之沖洗循環織物軟化劑具有黏度 13 mPa*s。於 20°C 貯存 3 週期間發生相分離。

實施例 9 (對照實例)

[0056] 使用實施例 3 之織物軟化劑活性組成物重複實施例 7。

[0057] 所得之沖洗循環織物軟化劑具有黏度 29

mPa*s。在 20℃ 下貯存 3 週後未觀察到相分離。

[0058] 實施例 3 至 9 顯示由本發明製成之織物軟化劑活性組成物的沖洗循環織物軟化劑相較於由只含組分 A 且不含組分 B 或以低於 0.05 之組分 B 對組分 A 的莫耳比含有組分 A 及組分 B 之織物軟化劑活性組成物所製成的沖洗循環織物軟化劑具有較高黏度及較佳貯存安定性。

申請專利範圍

1. 一種織物軟化劑活性組成物，其包含：

a) 至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 A，該組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值（以游離脂肪酸計算）為 0.5 至 50，及

b) 具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 B，

其中組分 B 對組分 A 之莫耳比為 0.05 至 0.20。

2. 如申請專利範圍第 1 項之織物軟化劑活性組成物，其中該脂肪酸部分對胺部分之莫耳比為 1.85 至 1.99。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其中該脂肪酸部分之碘值（以游離脂肪酸計算）為 5 至 40，較佳為 15 至 35。

4. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其中組分 A 及組分 B 之組合量為 85 至 99 重量%。

5. 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其中組分 A 包含少於 6 重量%之多不飽和脂肪酸部分。

6. 如申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項之織物軟化

劑活性組成物，其中組分 A 之不飽和脂肪酸部分的雙鍵之順反式比（*cis-trans-ratio*）高於 55:45。

7. 如申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 2 重量%且較佳係少於 0.5 重量%之水。

8. 如申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 10 重量%且較佳係少於 1 重量%之閃點低於 20℃ 的溶劑。

9. 如申請專利範圍第 1 至 8 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含至高達 9.9 重量%之至少一種選自下列的溶劑：甘油、乙二醇、丙二醇、二丙二醇以及乙二醇、丙二醇及二丙二醇之 C1-C4 烷基單醚。

10. 如申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含 2 至 8 重量%之具有平均鏈長為 10 至 14 個碳原子之脂肪酸部分且碘值（以游離脂肪酸計算）為 0 至 15 的脂肪酸三酸甘油酯。

11. 如申請專利範圍第 1 至 10 項中任一項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含 1.5 至 10 重量%之含有與組分 A 相同脂肪酸部分的雙-（2-羥丙基）-甲胺脂肪酸酯。

12. 一種製造如申請專利範圍第 1 項之織物軟化組成物的方法，其包括以下步驟

a) 使含有莫耳比為 0.05 至 0.20 之（2-羥丙基）-（1-甲基-2-羥乙基）-甲胺和雙-（2-羥丙基）-甲胺的混合

物與平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且碘值為 0.5 至 50 之脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下反應，並在 160 至 220°C 之溫度下移除水，直到該反應混合物的酸值在 1 至 10 mg KOH/g 之範圍，及

b) 使步驟 a) 之產物與硫酸二甲酯在硫酸二甲酯對胺之莫耳比為 0.90 至 0.97，較佳為 0.92 至 0.95 下反應，直到該反應混合物的總胺值在 1 至 8 mg KOH/g 之範圍。

13. 如申請專利範圍第 12 項之方法，其中脂肪酸對胺之莫耳比為 1.86 至 2.0。

申請專利範圍

1. 一種織物軟化劑活性組成物，其包含：

a) 至少 50 重量%之甲基硫酸雙-(2-羥丙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 A，該組分 A 之脂肪酸部分對胺部分的莫耳比為 1.5 至 1.99，該脂肪酸部分之平均鏈長為 16 至 18 個碳原子，且該脂肪酸部分的碘值（以游離脂肪酸計算）為 0.5 至 50，及

b) 具有與組分 A 相同脂肪酸部分之甲基硫酸(2-羥丙基)-(1-甲基-2-羥乙基)-二甲銨脂肪酸酯作為組分 B，

其中組分 B 對組分 A 之莫耳比為 0.05 至 0.20。

2. 如申請專利範圍第 1 項之織物軟化劑活性組成物，其中該脂肪酸部分對胺部分之莫耳比為 1.85 至 1.99。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其中該脂肪酸部分之碘值（以游離脂肪酸計算）為 5 至 40。

4. 如申請專利範圍第 3 項之織物軟化劑活性組成物，其中該脂肪酸部分之碘值（以游離脂肪酸計算）為 15 至 35。

5. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其中組分 A 及組分 B 之組合量為 85 至 99 重量%。

6. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其中組分 A 包含少於 6 重量%之多不飽和脂肪酸部

分。

7. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其中組分 A 之不飽和脂肪酸部分的雙鍵之順反式比（*cis-trans-ratio*）高於 55:45。

8. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 2 重量%之水。

9. 如申請專利範圍第 8 項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 0.5 重量%之水。

10. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 10 重量%之閃點低於 20°C 的溶劑。

11. 如申請專利範圍第 10 項之織物軟化劑活性組成物，其包含少於 1 重量%之閃點低於 20°C 的溶劑。

12. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含至高達 9.9 重量%之至少一種選自下列的溶劑：甘油、乙二醇、丙二醇、二丙二醇以及乙二醇、丙二醇及二丙二醇之 C1-C4 烷基單醚。

13. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含 2 至 8 重量%之具有平均鏈長為 10 至 14 個碳原子之脂肪酸部分且碘值（以游離脂肪酸計算）為 0 至 15 的脂肪酸三酸甘油酯。

14. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之織物軟化劑活性組成物，其進一步包含 1.5 至 10 重量%之含有與組分 A 相同脂肪酸部分的雙-（2-羥丙基）-甲胺脂肪酸酯。

15. 一種製造如申請專利範圍第 1 項之織物軟化組成

物的方法，其包括以下步驟

a) 使含有莫耳比為 0.05 至 0.20 之 (2-羥丙基) - (1-甲基-2-羥乙基) - 甲胺和雙 - (2-羥丙基) - 甲胺的混合物與平均鏈長為 16 至 18 個碳原子且碘值為 0.5 至 50 之脂肪酸在脂肪酸對胺之莫耳比為 1.51 至 2.0 下反應，並在 160 至 220°C 之溫度下移除水，直到該反應混合物的酸值在 1 至 10 mg KOH/g 之範圍，及

b) 使步驟 a) 之產物與硫酸二甲酯在硫酸二甲酯對胺之莫耳比為 0.90 至 0.97 下反應，直到該反應混合物的總胺值在 1 至 8 mg KOH/g 之範圍。

16. 如申請專利範圍第 15 項之方法，其中脂肪酸對胺之莫耳比為 1.86 至 2.0。

17. 如申請專利範圍第 15 或 16 項之方法，其中步驟 a) 之產物與硫酸二甲酯係在硫酸二甲酯對胺之莫耳比為 0.92 至 0.95 下反應。