



(12) UTLEGNINGSSKRIFT

(19) NO

(11) 171226

(13) B

(51) Int Cl⁵ D 06 M 13/00, 13/46

NORGE

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	860323	(86) Int. inng. dag og
(22) Inng. dag	29.01.86	søknadsnummer
(24) Løpedag	29.01.86	(85) Videreføringsdag
(41) Alm. tilgj.	31.07.86	(30) Prioritet
(44) Utlegningsdato	02.11.92	30.01.85, US, 696420

(71) Patentsøker Colgate-Palmolive Company, 300 Park Avenue, New York, NY 10022-7499, US
(72) Oppfinner Jean Paul Grandmaire, Andrimont, BE
(74) Fullmektig Alain Jacques, Bleagny, BE
Tandbergs Patentkontor AS, Oslo

(54) Benevnelse **Tøymykningsmiddel**

(56) Anførte publikasjoner US patent nr. 4426299, 4555349.

(57) Sammendrag Et stabilt, vandig tøymyknings-middel basert på vanndispergerbare, kationiske tøymyknende forbindelser, som de di-lanckjedede, di-kortkjedede kvartære ammoniumsalter, og inneholdende synergistiske mengder av fettalkoholer for å forbedre mykningsvirkningen. Den kationiske tøymyknende forbindelse og fettalkoholen er tilstede i en kombinert mengde av 3-20 vekt% og i et innbyrdes forhold av fra 6:1 til 2,8:1. Tøymykningsmidlene kan dessuten inneholde en vannoppløselig elektrolytt, et ethoxylert amin som emulgeringsmiddel og ett eller flere valgfrie vanlige tilsetningsmidler. Resten av tøymyknings-midlet utgjøres av vann.

Oppfinnelsens bakgrunn

Den foreliggende oppfinnelse angår tøymykningsmidler som er spesielt egnet for anvendelse under skyllesyklusen av en vaskeprosess, og spesielt konsentrerte og bruksferdige vandige tøymykningsmidler som er stabile både ved lav og høy omgivende temperatur, dvs. at midlene ikke danner en gel, og som er lett dispergerbare i vann under bruk.

Midler som inneholder kvartære ammoniumsalter med minst én langkjedet hydrocarbylgruppe blir vanligvis anvendt for å gi tøymyknende fordeler når de anvendes i et tøyskylletrinn, se for eksempel US patenter 3349033, 3644203, 3946115, 3997453, 4073735 og 4119545.

For de fleste vandige mykningsmidler som inneholder kationiske kvartære ammoniumforbindelser eller imidazolinium-forbindelser som aktive bestanddeler, har konsentrasjonene av slike kationiske forbindelser i alminnelighet vært begrenset til området 3-6 eller 7 vekt% (se f.eks. US patent 3904533 og US patent 3920565). En slik lav konsentrasjon er i alminnelighet nødvendiggjort av den kjensgjerning at kationiske forbindelser danner geler i vannsystemer ved koncentrasjoner over 8%. Selv om bruk av elektrolytter for å senke slike midlers viskositet er kjent (se f.eks. US patent 4119545), er slike elektrolytter langtfra tilfredsstillende. Ut fra en funksjonsmessig vurdering oppfører elektrolyttene seg ofte ikke som nødvendig, spesielt ved konsentrasjoner av de kationiske forbindelser av 12-15%. Selv om dessuten elektrolyttenes oppførsel kan redusere en del av geldannelsesproblemet, er anvendelsen av disse langt fra tilfredsstillende for å tilberede et sterkt konsentrert veldig system av kationiske forbindelser som ikke danner en gel eller som ikke får en sterkt forandret viskositet innen de vanlige temperaturområder som påtreffes ved håndteringen av disse, for eksempel fra -18°C og opp til 60°C.

I US patent 3974076 er et mykningsmiddel som inneholder kvartært ammonium og med vanlige konsentrasjoner av kationisk forbindelse, dvs. 3-8%, beskrevet. Disse midler er særpregede ved den meget lille partikelstørrelse for den i det vesentlige vannoppløselige, myknende, kvartære ammonium-

forbindelse, dvs. at 90 vekt% av den kvartære ammoniumforbindelse foreligger som partikler som passerer gjennom et 1,2_{um} filter. Komponentene for midlet er tilstede i mengder fra 2 til 10, fortrinnsvis fra 3 til 8, vektdeler av den i vann dispergerbare kvartære ammoniumforbindelse, fra 0,1 til 2 vektdeler C₈-C₂₀-fettalkohol, hvor vektforholdet mellom kvartær forbindelse og alkohol ligger innen området fra 100:1 til 5:1, fra 0,1 til 2,0 vekt% av et ikke-ionisk overflateaktivt middel, og resten utgjøres av en vannoppløselig flytende bærer.

Anvendelsen av fettalkoholer som myknende bestanddeler eller som viskositetsregulerende midler i tøymyknende midler er i virkeligheten blitt beskrevet på andre steder innen patentlitteraturen. For eksempel beskrives i US patent 4213867 tøykondisjoneringsmidler som inneholder kvartære ammoniumforbindelser og fettalkoholer eller fosforsyreester derav i blanding med et fortynningsmiddel. Midlene er pumpbare ved værelsetemperatur og lar seg lett dispergere i vann. Disse midler er sterkt konsentrerte grunnblandinger for påfølgende fortynning før fordeling og bruk. Midlene inneholder generelt 50-80% kvartær ammoniumforbindelse, et fortynningsmiddel (C₁-C₄-alkanol pluss vann) som utgjør 15-35% av grunnblandingene, og en tredje komponent i en mengde av 5-25% som er en C₁₈-C₂₈-fettalkohol eller en fosforsyreester derav eller blandinger derav. Grunnblandingene blir fortynnet med vann slik at det fås en vandig emulsjon med en konsentrasjon av 2-10%, basert på de kombinerte aktive bestanddeler, dvs. kvartær ammoniumforbindelse og fettalkohol eller fosfatester.

I US patent 4386000 er et konsentrert tøymyknende middel beskrevet som inneholder et kationisk mykningsmiddel og et viskositetsregulerende middel som utgjøres av en kombinasjon av en første komponent som er et ikke-syklig hydrocarbon, fettsyre, fettsyreester eller fettalkohol, sammen med en vannoppløselig kationisk polymer med en gjennomsnittlig molekylvekt av 2000-250000. Det vannoppløselige, kationiske tøymykningsmiddel er tilstede i blandingen i en mengde av 8-22%, og viskositetsreguleringssystemet

innbefatter 0,5-6% av den første reguleringskomponent og 0,05-1% av den vannoppløselige kationiske polymer som den annen reguleringskomponent.

Det er i US patent 4386000 hevdet at dette beskriver en oppfinnelse som er en forbedring sammenlignet med oppfinnelsen i henhold til europeisk patentsøknad 79200801.3 som svarer til US patent 4426299. I det sistnevnte er konsentrerte tøymykningsmidler beskrevet som omfatter en vannoppløselig, kationisk tøymyknende forbindelse og et viskositetsreguleringsmiddel som kan være et ikke-syklist hydrocarbon, en fettsyre eller ester derav, eller en fettalkohol, i et forhold mellom tøymyknende forbindelse og viskositetsregulerende middel av 5:1-20:1. I henhold til US patent 4386000 er disse midler mindre effektive som viskositetsreduserende midler og konsentrerte blandinger ved temperaturer nær eller over Krafft-punktet for den kationiske myknende forbindelse.

I europeisk patentsøknad 0086105 er tøymyknende midler beskrevet som inneholder en kationisk mykningsforbindelse, lanolin og et viskositetsregulerende middel som kan være en elektrolytt, en polymer som polyethylenglycol, et C₁₂-C₄₀-hydrocarbon eller halogenderivater derav, C₉-C₂₄-fettsyrer, fettsyreestere derav, C₁₀-C₁₈-fettalkoholer eller med vann blandbare oppløsningsmidler. Den kationiske myknende forbindelser er tilstede i en mengde av 0,5-30 vekt%, lanolinet i en mengde av 0,25-40 vekt% og dersom det viskositetsregulerende middel er fettalkohol, er det tilstede i en mengde av 0,25-15 vekt%. Det vandige medium utgjør minst 25, fortrinnsvis minst 40, % av blandingen. Imidlertid innbefatter ingen i denne patentsøknad fremsatte arbeidseksempler fettalkohol som viskositetsregulerende middel.

I britisk patentsøknad GB2007734A er et tøymyknende konsentrat beskrevet for senere fortynning til sluttkoncentrasjonen av aktive bestanddeler. Konsentratet inneholder et kvartært fettammoniumsalt som inneholder minst én langkjedet alkylgruppe med 8-30 carbonatomer, og en olje eller i det vesentlige vannoppløselig forbindelse med oljeaktige/fettegenskaper. Den sistnevnte innbefatter blant annet lang-

• kjedede fettalkoholer. Vektforhold mellom kvartær tøymyknende forbindelse og fettalkoholforbindelse av 1:9, 1:5, 4:6, 9:10 eller 9:1 er angitt og i alminnelighet med en lavere alkanol alene eller med et ytterligere ikke-ionisk overflateaktivt middel for å gi et flytende konsentrat eller en fortynnet blanding. De tøymyknende midler, dvs. konsentrater fortynnet med vann, er angitt å innbefatte 3-20 vekt% aktive bestanddeler. De fremsatte eksempler viser imidlertid bare mengder av aktive bestanddeler som 10 varierer fra 2,33 til 10 vekt%.

I fransk patent 2298600 og i det tilsvarende vest-tyske patent 2503026 er flytende, vandige blandinger for tøymyknende-skyllemidler beskrevet som innbefatter et kim-drepende middel. Disse blandinger innbefatter en blanding 15 av et tøymyknende kationisk kvartært ammoniumsalt og en tøymyknende forbindelse av en alkylimidazoliniumforbindelse i et vektforhold av 2:1-1:2, 1-6 vekt% av et kationisk desinfeksjonsmiddel, 0,5-5 vekt% av en langkjedet fett-alkohol, 0,1-5 vekt% av et lavere alkanol med 1-3 carbon-20 atomer, 0-5 vekt% av et ikke-ionisk emulgeringsmiddel, og resten vann, parfyme, farvegivende materiale og optiske hvitemidler.

Den publiserte vest-tyske patentsøknad 3150179 angår 26 konsentrerte, flytende forblandingar av kationiske tøy-myknende forbindelser sammen med alkoxylerte aminer og en ytterligere bestanddel som kan være en fettalkohol. Eksempel 3 i denne patentsøknad beskriver et konsentrat som inneholder 40% av den kationiske tøymyknende forbindelse, 45% oleylalkohol og 15% alkoxylert amin. I eksempel 5 er 30 et konsentrat beskrevet som innbefatter 70 vekt% av det tøymyknende kationiske kvartære ammoniumsalt, 20% isostearyl-alkohol og 10% alkoxylert amin.

I US patent 3644203 er et tøymykningsmiddel beskrevet 35 som utgjøres av en blanding av (a) en kationisk tøymyknende forbindelse og (b) et kompleks av (i) $C_{12}-C_{22}$ -fettalkanol eller alkandiol og (ii) alkalimetallalkyl ($C_{12}-C_{18}$)-sulfat i et forhold av (a):(b) mellom 1,4:1 og 10:1 og et molart forhold (i):(ii) mellom 1:1 og 1:2.

Selv om tilfredsstillende resultater kan oppnås med ett eller flere av disse kjente tøymykningsmidler, er ytterligere forbedringer fremdeles ønskelige hva gjelder mykningsvirkning, håndteringslettet, lagringsstabilitet, dispergerbarhet i kaldt vann og generell omkostningsøkonomi. Dessuten er det ønskelig å tilveiebringe forbedrede tøymykningsmidler som ikke krever eller innbefatter slike ytterligere ikke-myknende komponenter som er tilstede i henhold til en rekke av disse kjente oppskrifter, f.eks. ikke-ionisk overflateaktivt middel, lavere alkohol som samtidig oppløsningsmiddel eller kationiske polymerer etc.

Oppsummering av oppfinnelsen

Det tilveiebringes ved oppfinnelsen vandige mykningsmidler som er stabile både ved lav og høy temperatur og er basert på kationiske tøymyknende forbindelser og en mindre mengde av en fettalkohol med en alkylgruppe av 10-24 carbonatomer. En mindre mengde av vannoppløselig elektrolytt og ethoxylert amin er også tilstede i de vandige mykningsmidler.

Oppfinnelsen angår nærmere bestemt et stabilt, veldig, hellbart og vanndispergerbart tøymykningsmiddel som i det vesentlige består av

- (A) 3-20% i form av den kombinerte vekt av (i) en kationisk tøymykner og (ii) en fettalkohol med 10-24 carbonatomer i et vektforhold (i):(ii) av 4,5:1-3,5:1, og
- (B) ett eller flere valgfrie tilsetningsmidler valgt fra gruppen bestående av parfymer, farvestoffer, pigmenter, opasifiseringsmidler, kimdrepende midler, optiske hvitemidler, antikorrosjonsmidler og konserveringsmidler, idet mengden av hvert valgfritt tilsetningsmiddel er opp til 0,5 vekt%,
og tøymykningsmidlet er særpreget ved at det i dette dessuten foreligger
- (C) ca. 1,5 vekt% av en vannoppløselig elektrolytt og
- (D) ca. 3 vekt% av et ethoxylert aminemulgeringsmiddel og
- (E) resten vann opp til 100%.

Detaljert beskrivelse av foretrukne utførelsesformer

Midlene ifølge oppfinnelsen er stabile vandige midler som inneholder synergistiske blandinger av en kationisk tøy-myknende forbindelse som fortrinnsvis er et vanndispergerbart salt av en kvartær ammoniumforbindelse eller et i vann dispergerbart salt av en alkylimidazoliniumforbindelse som er mer detaljert beskrevet nedenfor, og en fettalkohol som også er nærmere beskrevet nedenfor.

De vandige midler ifølge oppfinnelsen inneholder som den første aktive tøymyknende komponent minst én kationisk tøymyknende komponent i en mengde av 78-82 vekt% av den samlede mengde av aktive tøymyknende komponenter (kationisk tøymyknende komponent pluss fettalkohol), eller basert på det samlede vandige middel vil mengden for en konsentrert blanding være 8,8-15 vekt%, fortrinnsvis 10-13 vekt%, og for en blanding som er klar til bruk, 2,2-7 vekt%, fortrinnsvis 2,3-6,6 vekt%.

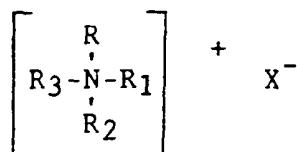
Det vil selvfølgelig forstås at et produkt som er klart til bruk, er et produkt som konsumenten får beskjed om skal anvendes med full styrke (dvs. uten ytterligere fortynning, bortsett selvfølgelig fra skyllevannet etc.) i de spesifiserte doseringsmengder, f.eks. 1/4-1/2 kopp pr. vask (som regel 2,7-6,8 kg). Derimot er en konsentrert blanding et produkt som konsumenten får beskjed om å fortynne (f.eks. fra 1 til 4 ganger) for å tilberede den nødvendige dosemengde, f.eks. 1/4-1/2 kopp pr. vask. Det er derfor klart at for den foretrukne konsentrerte blanding vil konsumenten i det minste få den oppfatning at denne er mer økonomisk og fleksibel å anvende.

Mykningsmidler anvendes for å gjøre tøy eller tekstiler myke, og betegnelsene "mykning" og "mykningsmiddel" refererer seg til håndtering, grep, berøring eller følelse, og dette er det følbare inntrykk som tøyet eller tekstilene gir hånden eller legemet og er av estetisk og kommersiell betydning. De kationiske tøymyknende forbindelser som anvendes i de foreliggende mykningsmidler, kan være hvilke som helst av de handelstilgjengelige og kjente kationiske

tøymyknende forbindelser og er fortrinnsvis av typen i vann dispergerbare salter av kvartære ammoniumforbindelser eller salter av alkylimidazoliniumforbindelser innbefattene minst én, fortrinnsvis to, hydrofobe grupper som inneholder minst 5 12, fortrinnsvis minst 14, carbonatomer.

En foretrukken gruppe av de kationiske mykningssalter er de kvartære ammoniumsalter med formelen I:

10



15 hvori R betegner en hydrocarbylgruppe med 12-24, fortrinnsvis 14-22, carbonatomer, R_1 betegner en lavere alkylgruppe med 1-4, fortrinnsvis 1-3, carbonatomer eller en hydrocarbylgruppe med 12-24, fortrinnsvis 14-22, carbonatomer, R_2 og 20 R_3 betegner en lavere alkylgruppe med 1-4, fortrinnsvis 1-3, carbonatomer, og X betegner et anion som er i stand til å gi oppløselighet eller dispergerbarhet i vann, som et halogenid, f.eks. klorid, bromid eller jodid, sulfat, methosulfat, nitritt, nitrat, fosfat eller carboxylat, f.eks. acetat, adipat, propionat, fthalat, benzoat eller oleat etc.

25 Hydrocarbylgruppene er fortrinnsvis alkylgrupper, men de kan være alkenyl-, aryl- eller aralkylgrupper og kan innbefatte forskjellige substituenter eller avbrytende grupper, som halogen-, amid-, hydroxyl- eller carboxylsubstituenter, eller avbrytende funksjonelle grupper eller avbrytende ethoxy- eller polyethoxygrupper. Dessuten kan én eller 30 flere av de lavere alkylgrupper også være substituert, for eksempel med en hydroxylgruppe. Typiske kationiske tøy-myknende forbindelser med formelen I innbefatter de følgende: distearyldimethylammoniumklorid ditalgdimethylammoniumklorid dihexadecyldimethylammoniumklorid distearyldimethylammoniumbromid di(hydrogenert talg)-dimethylammoniumbromid 35 distearyl-di(isopropyl)-ammoniumklorid

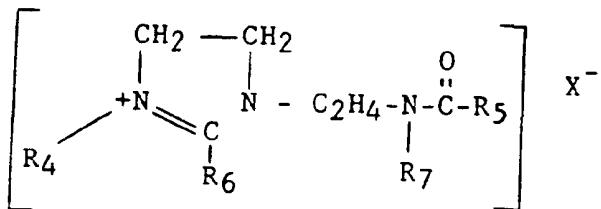
• distearyldimethylammoniummethosulfat.

En sterkt foretrukken gruppe av de kationiske tøy-myknende forbindelser med formelen I er de vannuoppløselige forbindelser hvor i gruppene R og R₁ er C₁₄-C₁₈, R₂ er methyl eller ethyl, og R₃ er methyl, ethyl, isopropyl, n-propyl, hydroxyethyl eller hydroxypropyl.

En annen foretrukken gruppe av den kationiske tøy-myknende aktive bestanddel er imidazoliniumforbindelsene med formelen II:

10

15



25

hvor i R₄ er hydrogen eller en lavere alkylgruppe med 1-4, fortrinnsvis 1-3, spesielt foretrukket 1 eller 2, carbon-atomer, R₅ er en alkylgruppe som inneholder 9-25 carbon-atomer, fortrinnsvis en lineær høyere alkylgruppe med 13-23, og spesielt foretrukket 13-19, carbonatomer, R₆ er en alkylgruppe som inneholder 8-25 carbonatomer, fortrinnsvis en i det vesentlige lineær høyere alkylgruppe med 13-23, fortrinnsvis 13-19, carbonatomer, R₇ er hydrogen eller en alkylgruppe som inneholder 1-4, fortrinnsvis 1 eller 2, carbonatomer, og X er som definert ovenfor.

30

Typiske eksempler på alkylimidazoliniumforbindelsene med formelen II innbefatter:

methyl-1-talgamidethyl-2-talgimidazoliniummethysulfat,

methyl-1-oleylamidethyl-2-oleylimidazoliniummethysulfat,

1-methyl-1-(palmitoylamid)-ethyl-2-octadecyl-4,5-dihydro-imidazoliniumklorid,

35 2-heptadecyl-1-methyl-1-(2-stearylamin)-ethyylimidazolinium-klorid,

2-lauryl-1-hydroxyethyl-1-oleyl-imidazoliniumklorid.

De vanndispergerbare, kationiske tøymyknende bestanddeler som kan anvendes i tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen, er ikke begrenset til dem som er beskrevet ovenfor, og hvilke som helst av de andre kjente nyttige vanndispergerbare kationiske tøymyknende forbindelser kan anvendes. Dessuten kan blandinger av de ovennevnte kationiske tøymyknende bestanddeler anvendes.

Den annen vesentlige tøymyknende bestanddel er fettalkoholen hvor den hydrofobe gruppe kan være en rettkjedet eller forgrenet alkyl- eller alkenylgruppe med 10-24, fortrinnsvis 10-20, spesielt foretrukket 12-20, carbonatomer. Spesielle eksempler på fettalkoholen innbefatter decanol, dodecanol, tetradecanol, pentadecanol, hexadecanol, octadecanol, laurylalkohol, palmitylalkohol, stearylalkohol, oleylalkohol eller blandinger derav. Dessuten kan fettalkoholen være av naturlig eller syntetisk opprinnelse og kan innbefatte for eksempel blandede alkoholer, som C₁₆-C₁₈-alkoholer fremstilt ved Ziegler-polymerisasjon av ethylen.

Fettalkoholen er tilstede i tøymykningsmidlet i en mindre mengde i forhold til den kationiske tøymyknende bestanddel, slik at vektforholdet mellom den kationiske tøymyknende bestanddel og fettalkoholen er 4,5:1-3,5:1. Under opprettetholdelse av disse forhold er fettalkoholen tilstede i tøymykningsmidlet, basert på den samlede vekt av det vandige tøymykningsmiddel, i en mengde av 1,4-5, fortrinnsvis 2,0-4, vekt% for den konentrerte blanding og i en mengde av 0,4-2, fortrinnsvis 0,1-1,4, vekt% for blandingen som er klar til bruk.

Den samlede mengde av de aktive tøymyknende komponenter (kationisk tøymyknende komponent pluss fettalkohol) er minst 11, fortrinnsvis minst 12, og mer foretrukket 12-20, spesielt foretrukket 12-16, vekt% for den konetrerte blanding. Innenvor disse høye konsentrasjoner av de tøymyknende komponenter kan meget stabile og lett hellbare tøymykningsmidler oppnås som ikke utsettes for geldannelse når de tilsettes til kaldt eller varmt vann. På grunn av de høye samlede mengder av de aktive tøymyknende komponenter får dessuten konsumenten

et omfattende valg mellom egnede doseringsmengder som fremdeles kan gi effektiv mykning innenfor vide områder av den tøymengde som skal vaskes. Det er imidlertid som regel tilstrekkelig å tilsette tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen i slike mengder at det fås en konsentrasjon av 10-1000, fortrinnsvis 50-500, ppm samlede aktive bestanddeler når de tilsettes til skyllevæsken for en vaskesyklus. Produktene bør derfor før bruk fortynnes 1-4, fortrinnsvis 2-3, ganger med vann i avhengighet av utgangskonsentrasjonen og det ønskede resultat. Ledningsvann er tilstrekkelig for dette formål. For produktet som er klart til bruk og som kan tilsettes direkte til tøyet, i alminnelighet under skyllesyklusen for den samlede vaskeprosess i en automatisk vaskemaskin, vil den samlede mengde av aktive myknende bestanddeler være 3-8, fortrinnsvis 3,5-6, vekt%, basert på det samlede tøymykningsmiddel.

På grunn av den synergistiske virkning av de to aktive mykningsbestanddeler kan produkter anvendes med reduserte samlede konsentrasjoner av aktive bestanddeler samtidig som det opprettholdes et mykningsutbytte som er likt det utbytte som oppnås med de for tiden beste handelstilgjengelige myningssystemer.

Det er en av de meget vesentlige fordeler ved den foreliggende oppfinnelse at stabile, homogene, hellbare tøymykningsmidler er blitt oppnådd med lav viskositet fra blandingen av den kationiske tøymyknende bestanddel og fettalkohol. Imidlertid er en mindre mengde (ca. 1,5 vekt%) av en vannoppløselig elektrolytt innbefattet for ytterligere å senke produktets viskositet samt ca. 3 vekt% av et ethoxylert aminemulgeringsmiddel for ytterligere å øke stabiliteten mot separering av produktets suspenderte fase.

For å få enda lavere viskositeter for den endelige vandige tøymykningsmidler, kan hvilke som helst av de kjente vannoppløselige elektrolytter innbefattes i tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen. Elektrolyttmaterialet anvendes i mengder av ca. 1,5 vekt%. Viskositeten vil i alminnelighet variere fra et minimum av 30 centipoise (cp) opp til 300 cp, for-

trinnsvis innen området fra 50 til 150 cp, målt ved 25°C. Spesielt egnede elektrolytter innbefatter natriumklorid og kalsiumklorid, og andre anvendbare elektrolytter innbefatter natriumformiat, natriumnitritt, natriumnitrat eller natriumacetat såvel som andre vannoppløselige salter av andre kationer, som kalium, lithium, magnesium eller ammonium etc.

De ethoxylerte aminforbindelser som det her tas sikte på å anvende som emulgeringsmidler, er basert på ethoxylerte langkjedede aminer og de uorganiske eller organiske syresalter av disse. Aminene er typisk C₁₂-C₃₀-alifatiske aminer, fortrinnsvis C₁₂-C₂₀-aminer eller blandinger derav reagert med fra 1 til 100 mol ethylenoxyd. Aminene kan også reageres med propylen- eller butylenoxyd og derefter med ethylenoxyd. Det endelige oxyalkylerte amin bør være et vannoppløselig produkt. Aminene som skriver seg fra naturlige fettsyrer er spesielt verdifulle, som de som selges under handelsbetegnelsene "Armeens" og "Ethomeens" og disse omfatter generelt blandede alkylgrupper fra C₁₀ til C₁₈, eller fra C₁₂ til C₁₆, eller fra C₁₂ til C₁₅, eller fra C₁₆ til C₁₈ etc. Foretrukne ethoxylerte aminer er slike som inneholder 5-50 mol kondenserte ethylenoxyder, og ethoxylerte aminer med 10-35 mol kondensert ethylenoxyd er mer foretrukne. De mest foretrukne inneholder 12-20 mol ethylenoxyd.

Hvilke som helst av de vanlige uorganiske syrer kan bekvemt anvendes for å danne de nøytrale salter av de ethoxylerte aminforbindelser. Egnede uorganiske syrer innbefatter for eksempel HCl, HNO₃, H₂SO₄ eller H₃PO₄ etc. På lignende måte er de organiske syrer som anvendes for å danne aminsaltene, ikke spesielt begrensede. Således kan slike kortkjedede alifatiske monocarboxyliske organiske syrer som eddiksyre, propionsyre, butyrsyre eller acrylsyre etc., aromatiske syrer som benzosyre, nafthensyre eller

- toluensyre etc., langkjedede alifatiske monocarboxylsyrer som laurin-, dodecan-, myristin-, tetradecan-, pentadecan-, palmitin-, hexadecan-, heptadecan-, stearin-, olein-, linolein-, linolen-, eleostearin, ricinolein-, dihydroxy-
5 stearin-, nonadecan-, eucosan- eller arachidonsyre etc., alle anvendes for tøymykningsmidlene ifølge oppfinneren.

Anvendelsen av de ethoxylerte langkjedede aminsalter sammen med langkjedede organiske syrer for å få stabile, konsentrerte, vandige tøymykningsmidler er beskrevet i
10 norsk patent nr. 161690.

Foruten de ethoxylerte aminforbindelser som er nevnt ovenfor, kan hvilke som helst av de vannoppløselige ethoxylerte aminforbindelser som er beskrevet i britisk patent-søknad GB2133415A, publisert 25. juli 1984, spesielt de
15 ethoxylerte monoaminer, anvendes på grunn av deres emulgerende egenskaper.

Foruten de ovennevnte komponenter av mykningsmidlene ifølge oppfinneren kan også en rekke vanlige supplerende eller valgfrie bestanddeler innbefattes som ikke uheldig
20 påvirker de foreliggende tøymykningsmidlers stabilitet og/ eller funksjonelle egenskaper. Således kan de høyst vanlige parfymer, farvestoffer, pigmenter, opasifiseringsmidler, kim-drepende midler, optiske hvitemidler, antikorrosjonsmidler
25 eller konserveringsmidler etc. være tilstede. Dersom de anvendes, kan hver av disse komponenter utgjøre opp til 0,5, fortrinnsvis opp til 0,2, for eksempel 0,001-0,1, vekt% av
det vandige produkt. Anvendelsen av parfymer, farvestoffer og optiske hvitemidler er spesielt foretrukket på grunn av
30 at disse gjør at produktet appellerer til konsumenten.

Uttrykket "i det vesentlige bestående av" som anvendt

i de vedføyede patentkrav, er ment å skulle begrense omfanget av den foreliggende oppfinnelse til bare de navngitte bestanddeler og mindre mengder av slike ytterligere bestanddeler som kan komme inn i de foreliggende tøymykningsmidler på grunn av at de er tilstede i en eller annen av råbestanddelene eller eventuelle ytterligere bestanddeler som ikke har noen vesentlig virkning på de grunnleggende egenskaper, dvs. mykningsvirkningen, for de foreliggende tøymykningsmidler. Det erkjennes således generelt at en rekke av de handelstilgjengelige kationiske tøymykningsforbindelser selges f.eks. i form av en 75% oppløsning i f.eks. isopropylalkohol. Slike mindre mengder av isopropylalkohol eller andre oppløsningsmidler kan således også være tilstede i tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen. Imidlertid er i henhold til den foreliggende oppfinnelse ingen ytterligere mengder av organiske parallelt virkende oppløsningsmidler, som de lavere alkanoler, som ofte tilsettes til de kjente tøymykningsmidler som viskositetsregulerende midler, nødvendig eller påkrevet, og anvendelsen av disse bør unngås.

Resten av tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen utgjøres av vann som kan være destillert vann, avionisert vann eller ledningsvann.

For å få de homogene, stabile, hellbare og dispergerbare tøymykningsmidler med lav viskositet ifølge den foreliggende oppfinnelse blir for eksempel i henhold til en foretrukken utførelsesform av oppfinnelsen hvor den kationiske tøymyknende komponent er distearyldimethylammoniumklorid (DSDMAC) og fettalkoholen er en C₁₆-C₁₈-alkylalkohol, tøymykningsmidlet fremstilt direkte under anvendelse av en høytrykkshomogenisator. En blanding av DSDMAC og C₁₆-C₁₈-alkoholen danner således en gel når den disperges i varmt vann, og denne gel kan brytes ned i en høytrykkshomogenisator slik at det etter avkjøling fås et stabilt, flytende produkt.

De nedenstående eksempler viser bare noen utførelsesformer av tøymykningsmidlene ifølge oppfinnelsen. Alle

deler er basert på vekt dersom intet annet er angitt.

Eksempel 1

I dette eksempel er fremstillingen av et stabilt, flytende, flytbart, konsentrert produkt med lav viskositet under anvendelse av en høytrykkshomogenisator beskrevet.
De følgende produkter fremstilles.

		A	B	C	D	E	F
10	Distearyl dimethylammoniumklorid (DSDMAC)	12,60	11,44	10,50	9,66	8,40	7,42
15	C ₁₆ -C ₁₈ -fettalkohol(FA)	1,40	2,56	3,50	4,34	5,60	6,54
20	Parfyme	0,90	0,90	0,90	0,90	0,90	0,90
25	Farvemateriale (0,2% oppløsning)	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20	1,20
30	Vann	qs til 100	qs100	qs100	qs100	qs100	qs100
35	Forhold DSDMAC:FA	9:1	4.5:1	3:1	2.2:1 1.5:1 1.2:1		

Produktene fremstilles som følger:

1. Blandingen av distearyl dimethylammoniumklorid og fettalkohol oppvarmes til 65°C.

2. Oppløsningen av det farvegivende materiale tilsettes til vannet som er blitt forvarmet til 65°C.

3. Parfymen tilsettes til blandingen av den aktive bestanddel.

4. Forblandingen (3) blir hurtig tilsatt til vann under høyeffektiv omrøring. En gel dannes.

5. Gelen innføres i en høytrykkshomogenisator med trykket regulert til 700 atmosfærer.

6. Produktet blir hurtig avkjølt til værelsetemperatur ved anvendelse av et isbad og under langsom omrøring.

Hvert av produktenes A, B og D-F mykningsvirkning sammenlignes

i forhold til hverandre. Sammenligningene mellom mykningsvirkningene utføres ved at seks dommere foretar en bedømmelse under de følgende betingelser: laboratoriebehandling av 6 ganger herdede frottehåndklær av bomull med en dosering av 20 ml pr. vask (0,112 g aktive bestanddeler: kationisk mykningsforbindelse pluss fettalkohol pr. liter). Fem replikater gjøres for hvert produkt. Resultatene uttrykt ved middelpoengtall (etter en skala fra -3 til +3) basert på gjennomsnittsbedømmelsene fra de seks dommere - fem replikater, er som følger:

<u>Produkt</u>	<u>Vektforhold kationisk mykner/alkohol</u>	<u>Middel- poeng</u>
A	9/1	0,131
B	4,5/1	0,240
D	2,2/1	0,140
E	1,5/1	-0,080
F	1,2/1	-0,673

De beste resultater fås ved forholdet 4,5:1.

20

Eksempel 2

25

I dette eksempel er den synergistiske virkning mellom den kationiske tøymyknende forbindelse og fettalkoholen hva gjelder å øke produktets mykningsvirkning beskrevet. Mykningsvirkningen bestemmes for produktet B (kvartær forbindelse/fettalkohol = 4,5/1) i henhold til eksempel 1 for 3 forskjellige koncentrasjoner av aktive bestanddeler:

30

0,22 g aktive bestanddeler (AI) pr. liter

0,18 g aktive bestanddeler pr. liter

0,13 g aktive bestanddeler pr. liter.

35

Resultatene blir bedømt ved sammenligning med et vanlig tøymykningsmiddel som inneholder 5% dimethyldistearyl-ammoniumklorid uten noen fettalkohol, men med de samme samlede koncentrasjoner av aktive bestanddeler. Sammenligningene av mykningsresultatene gjøres av seks dommere som bedømmer mykningsresultatene under de følgende betingelser. Laboratoriebehandling av 6 ganger herdede bomullfrottehåndklær ved en dosering av midlet som er tilstrekkelig til å gi hver av de tre forskjellige samlede koncentrasjoner

171226

16

av aktive bestanddeler. Fem replikater gjøres for hvert produkt for hver vektkonsentrasjon.

De følgende resultater fås idet middelpoengtallene for hvert produkt er basert på en sammenligning med hvert av de andre produkter i henhold til en skala som varierer fra -3 til +3, idet de høyere verdier antyder bedre resultater:

<u>Produkt</u>	<u>Middelverdi for mykningsvirkning</u>
DSDMAC/alkohol 0,22 gram AI/l	+0,7
DSDMAC/alkohol 0,18 gram AI/l	-0,1
DSDMAC/alkohol 0,13 gram AI/l	-0,7
5% DSDMAC 0,22 gram AI/l	+0,2

Det fremgår av de ovenstående resultater at blandingen av 0,18 g DSDMAC pluss 0,04 g fettalkohol gir bedre mykhet enn 0,22 g DSDMAC alene. Dessuten gir blandingen av 0,147 g DSDMAC og 0,032 g fettalkohol en mykhet som nesten er lik myheten som fås med 0,22 g DSDMAC alene.

Eksempel 3

I dette eksempel sammenlignes stabiliteten til mykningsprodukter for forskjellige vektforhold mellom kationisk tøymykningsforbindelse og fettalkohol i en 12% vandig dispersjon.

30	<u>Aktiv bestanddel</u> <u>(Vektforhold for</u> <u>12% aktiv bestand-</u> <u>del i produktet)</u>	<u>Stabilitet ved</u> <u>eldning</u>	
		<u>Viskositet (cps)</u>	<u>Efter</u> <u>Start 6 uker</u>
35	8,78/1	10,77/1,23	46 56
	4,40/1	9,77/2,23	34 36
	2,93/1	8,94/3,06	44 164
	2,19/1	8,24/3,76	52 208
	1,76/1	7,65/4,35	37600 gel
	1,46/1	7,13/4,87	gel -
	1,10/1	6,28/5,72	gel -

Det fremgår av disse resultater at produktet som gir den beste stabilitet ved eldning er produktet hvor vektforholdet kationisk mykner/fettalkohol er 4,4/1. Ved dette forhold fås sterkt stabile produkter med lav viskositet.

5

Eksempel 4

Når fremgangsmåten ifølge eksempel 1 gjentas for produktene B og C, men ved å erstatte DSDMAC med ditalgdimethylammoniumklorid, dihexadecyldimethylammoniumklorid, methyl-talgamidethyl-2-talgimidazoliniummethysulfat eller 2-lauryl-1-hydroxyethyl-1-oleylimidazoliniumklorid, fås i det vesentlige de samme resultater.

Når på lignende måte en dodecanol, stearylalkohol eller palmitylalkohol etc. anvendes istedenfor den blandede C_{16} - C_{18} -alkohol i produktene B og C ifølge eksempel 1, fås i det vesentlige det samme mykningsresultat og den samme stabilitet.

Eksempel 5

Det følgende produkt som er klart til bruk, fremstilles ved å blande de følgende bestanddeler:

	<u>Vekt%</u>
Dimethyldistearylammnoniumklorid	3,2
C_{16} - C_{18} -fettalkohol	0,8
Vann	96,0

vektforhold DSDMAC/FA = 4/1

Eksempel 6

Eksempel 5 gjentas, bortsett fra at istedenfor en lik mengde vann anvendes 0,5 vekt% "Ethomeen T25" [talgamin ($40\% C_{16}$, $60\% C_{18}$) kondensert med 15 mol ethylenoxyd]. Lignende resultater fås når HCl- eller eddiksyresaltene av "Ethomeen T25" anvendes i den samme mengde.

P a t e n t k r a v

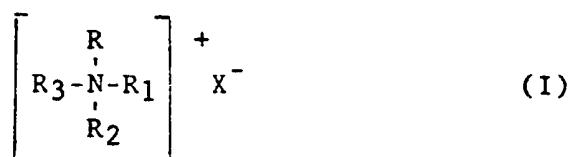
1. Stabilt, vandig, hellbart og vanndispergerbart tøy-mykningsmiddel som i det vesentlige består av
- 5 (A) 3-20% i form av den kombinerte vekt av (i) en kationisk tøymykner og (ii) en fettalkohol med 10-24 carbon-atomer i et vektforhold (i):(ii) av 4,5:1-3,5:1, og
- (B) ett eller flere valgfrie tilsetningsmidler valgt fra gruppen bestående av parfymer, farvestoffer, pigmenter,
- 10 opasifiseringsmidler, kimdrepende midler, optiske hvitemidler, antikorrosjonsmidler og konserverings-midler, idet mengden hvert valgfritt tilsetnings-middel er opp til 0,5 vekt%,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det i tøymyknings-
15 midlet dessuten foreligger

- (C) ca. 1,5 vekt% av en vannoppløselig elektrolytt og
(D) ca. 3 vekt% av et ethoxylert aminemulgeringsmiddel og
(E) resten vann opp til 100%.

20 2. Tøymykningsmiddel ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at den kationiske tøy-myknende forbindelse er valgt fra gruppen bestående av kvartære ammoniumsalter med den nedenstående formel I, alkylimidazoliniumsalter med den nedenstående formel II eller blandinger derav:

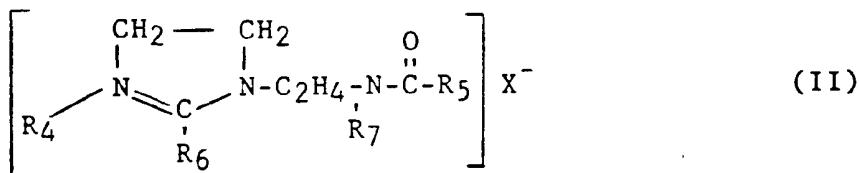


30 hvor R er en hydrocarbylgruppe med 12-24 carbonatomer, R₁ er en lavere alkylgruppe med 1-4 carbonatomer eller en hydrocarbylgruppe med 12-24 carbonatomer,

R₂ er en lavere alkylgruppe med 1-4 carbonatomer,

R₃ er en lavere alkylgruppe med 1-4 carbonatomer, og

X er et saltdannende anion;



hvor i R_4 er hydrogen eller en lavere alkylgruppe med 1-4
10 carbonatomer,

R_5 er en alkylgruppe med 10-25 carbonatomer,

R_6 er en alkylgruppe med 8-25 carbonatomer,

R_7 er hydrogen eller en alkylgruppe med 1-4 carbonatomer,

og

X er som definert ovenfor.

15 3.. Tøymykningsmiddel ifølge krav 2,

karakterisert ved at R og R_1 begge er en hydrocarbylgruppe med 14-22 carbonatomer,

R_2 og R_3 er begge en alkylgruppe med 1-3 carbonatomer,

R_4 og R_7 er begge hydrogen eller en alkylgruppe med 1 eller 2 carbonatomer, og

20 R_5 og R_6 er begge en lineær alkylgruppe med 13-23 carbonatomer.

25 4.. Tøymykningsmiddel ifølge krav 1,

karakterisert ved at den kationiske tøy-myknende forbindelse er distearyldimethylammoniumklorid.

30 5.. Tøymykningsmiddel ifølge krav 4,

karakterisert ved at fettalkoholen har en rettkjedet eller forgrenet alkylgruppe med 12-20 carbonatomer.

35 6.. Tøymykningsmiddel ifølge krav 5,

karakterisert ved at fettalkoholen har 16-18 carbonatomer i alkylgruppen.

171226

20

7 . Tøymykningsmiddel ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at fettalkoholen har 12-
20 carbonatomer.

5

10

15

20

25

30

35