



(19) Országkód

**HU**



**MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR  
SZABADALMI  
HIVATAL**

## **SZABADALMI LEÍRÁS**

(11) Lajstromszám:

**215 586 B**

(21) A bejelentés ügyszáma: P 94 03250  
(22) A bejelentés napja: 1993. 05. 03.  
(30) Elsőbbségi adatok:  
07/881,979 1992. 05. 12. US  
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/US 93/04107  
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 93/23510

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

**C 11 D 1/62**  
C 11 B 3/00  
C 11 D 1/645  
D 06 M 13/463

(40) A közzététel napja: 1996. 04. 29.  
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi  
Közlönyben: 1999. 01. 28.

(72) Feltalálók:

Baker, Ellen Schmidt, Cincinnati, Ohio (US)  
Bodet, Jean-Francois, Brüsszel (BE)  
Demeyere, Hugo Jean Marie, Merchtem (BE)  
Hartman, Frederick Anthony, Cincinnati, Ohio  
(US)  
Hubesch, Bruno Albert, Tervuren-Vosseem (BE)  
Mermelstein, Robert, Cincinnati, Ohio (US)  
Taylor, Lucille Florence, Middletown, Ohio (US)  
Wahl, Errol Hoffman, Cincinnati, Ohio (US)

(73) Szabadalmaz:

The Procter & Gamble Co., Cincinnati, Ohio (US)

(74) Képvisező:

S. B. G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi  
Iroda, Budapest

(54) **Biológiailag lebontható textilöblítőket tartalmazó, koncentrált textilöblítő készítmények, eljárás előállításukra és eljárás textília lágyítására**

KIVONAT

A találmány koncentrált folyékony és szilárd textillágyító készítményeket ismertet, amelyek

A) szilárd szemcsés készítmények, melyek

- 50–95, előnyösen 60–90 tömeg% diészter kvaterner ammóniumsó textillágyítót és
- 3–30, előnyösen 5–20 tömeg% viszkozitás-és/vagy diszperzibilitásmódosítót tartalmaznak; vagy

B) koncentrált folyékony készítmények, amelyek

- 15–50, előnyösen 15–35 tömeg% biológiailag lebontható diészter kvaterner ammóniumsó textillágyítót,
- 0,1–30, előnyösen 0,2–20 tömeg% viszkozitás-és/vagy diszperzibilitásmódosítót és
- egy folyékony hordozót tartalmaznak.

A találmány koncentrált folyékony és szilárd textilkezelő készítményekre vonatkozik. A találmány tárgyát elsősorban az olyan textilkezelő készítmények alkotják, amelyek a textilmosás öblítő ciklusában alkalmazva a textíliát lággyá és a statikus feltöltődéssel szemben védetté teszik. Ezeket a készítményeket kiváló tárolási stabilitás, viszkozitási tulajdonságok és biolebonthatóság jellemzi. A találmány tárgyához tartozik textillágyító készítmények előállítására, valamint egy textillágyítási eljárás ezekkel a készítményekkel.

A szakirodalomban számos olyan problémát ismertetnek, amely a korábban ismert textilkondicionáló készítményekkel és előállításukkal kapcsolatos. (Lásd például a 3 904 533 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírást.) Az 1 249 129 számú nyilvánosságra hozott japán szabadalmi bejelentésben ismertetett probléma az észtercsoportokkal megszakított két hosszú hidrofób láncot tartalmazó, textillágyító hatóanyag diszpergálásával kapcsolatos, és megoldására gyors keverést alkalmaznak. Az USP 5 066 414 számú szabadalmi iratban ismertetett készítmény a stabilitás és diszpergálhatóság javítására legalább egy észtercsoportot tartalmazó kvaterner ammóniumsót, egy nemionos felületaktív anyagot, például egy lineáris alkoxilezett alkoholt és egy folyékony hordozót tartalmazó elegyből áll. A 4 767 547 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett, diészter- vagy egy, két vagy három metilcsoporthoz kapcsolódó nitrogént tartalmazó monoészter-kvaterner ammóniumkészítmények stabilizálására 2,5-től 4,2-ig terjedő, kritikusan alacsony pH-t állítanak be. A 4 401 578 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi iratban ismertetett textillágyító szerek viszkozitásszabályozó komponenseként szénhidrogéneket, zsírsavakat, zsírsav-észtereket és zsíralkoholokat tartalmaznak (az ismertetés szerint a textillágyító szerek a hidrofób láncban adott esetben észtercsoportokat tartalmaznak). A WO 89/115 22-A számú szabadalmi iratban (DE 3 818 061-A, EP-346 634-A) zsírsavval együtt alkalmazott diészter-kvaterner ammónium-vegyületeket ismertetnek. A 243 735 számú európai szabadalmi leírásban ismertetett koncentrált lágyítószer-készítmények diszperzió javítására szorbítán-észtert és diészter-kvaterner ammóniumvegyületeket alkalmaznak.

Az irodalomból olyan vegyületeket is ismerünk, amelyekben a diészter-kvaterner ammóniumvegyület szerkezetét helyettesítéssel megváltoztatják. Például a két hidrofób láncban a metilcsoport helyett hidroxietilcsoportot vagy az alkoxicsoport helyett polialkoxicsoportot alkalmaznak. A 3 915 867 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi iratban például a metilcsoport helyettesítésére egy hidroxietilcsoportot alkalmaznak. A 63-194 316 számú japán szabadalmi bejelentésben ismertetett lágyítószer hosszú láncú hidrofób csoportjai jellegzetes cisz/transz módosulatokat tartalmaznak. A 4 923 642 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban alkoxi-, acil-oxi- és alkilcsoportokat tartalmazó vegyületeket ismertetnek.

A 4 844 823 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban olyan textillágyító készítményeket

ismertetnek, amelyek a lágyító hatás javítására adott esetben 3-20%-kal több diészter-kvaterner ammóniumvegyületet tartalmaznak, mint a 3 915 867 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetettek.

5 Az EP 336 267-A számú európai szabadalmi iratban ismertetett készítmények diészter-kvaterner ammóniumvegyületeket és zsírsavat, alkil-szulfátot vagy alkil-szulfát-aniont tartalmaznak. Az EP 418 273 számú európai szabadalmi iratban olyan készítményeket ismertetnek, amelyek az automatikus ruhaszáritóban lévő anyagból való jobb felszabadítás érdekében például diészterkvaterner ammóniumvegyületeket és DTDMAC-t (ditallow dimethyl ammónium chloride = difaggyú-metil-ammónium-klorid) alkalmaznak.

10 A 4 923 642 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban egy másik zsírsavval, azaz egy éterezett zsírsavval együtt alkalmazott észtertipusú textillágyító szert ismertetnek. (A zsírsav például hidroxivagy alkoxicsoportokkal helyettesített.)

15 Az 1 935 499 számú nyilvánosságra hozott német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi bejelentésben ismertetettek szerint egy diészter-kvaterner ammónium textillágyító szert úgy állítanak elő, hogy zsírsav-metilésztereket alkil-dietanol-aminnal reagáltatnak, és a kvaternizálást metil-szulfáttal végzik.

20 A 4 456 554 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban trialkil-foszfónatokkal vagy foszfitokkal kvaternizált alkil-diacil-oxi-aminokat ismertetnek.

25 A 638 918 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi bejelentésben (EP-267 551-A számú szabadalmi irat) olyan diészter-kvaterner ammóniumvegyületeket ismertetnek, amelyekben a zsírsav egy hidroxizsírsavval van szubsztituálva.

30 Az EP 284,036-A számú szabadalmi iratban alkanol-amin és glicerid reagáltatásával előállított diészterkvaterner ammóniumvegyületeket ismertetnek. (A megfelelő német szabadalmi irat a DE 3 710 064 számú szabadalmi leírás.)

35 A 4 808 321 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban olyan textillágyító szert ismertetnek, amely szubmikron méretű difaggyú-dimetil-ammónium-klorid-monoészter analógot tartalmaz. A szemcséket nagy nyíróerejű keveréssel diszpergálják a folyékony hordozóban vagy adott esetben emulgeálószerrel, például 14-18 szénatomos nemionos etoxilátokkal stabilizálják.

40 A 8 911 522 számú német szövetségi köztársaságbeli közzétételi iratban ismertetett vizes textillágyító készítmények egy 10-22 szénatomos acil-oxi-alkil-láncot tartalmazó diészter-kvaterner ammóniumvegyületet és egy zsírsavat tartalmaznak.

45 A 9 101 295 számú német szövetségi köztársaságbeli közzétételi iratban ismertetett eljárással alkanol-amin és zsírsav reagáltatásával állítanak elő diészter-kvaterner ammóniumvegyületet. Az amint alkilezéssel alakítják át kvaterner ammóniumvegyületté.

50 A 336 267 számú európai szabadalmi bejelentésben olyan diészter-kvaterner ammóniumvegyületet ismer-

tetnek, amely legalább egy hidroxil-alkil-csoportot tartalmaz.

A 91201 887.6 számú európai szabadalmi bejelentésben finomszemcsés szilícium-oxidon adszorbeált parfüm/hatóanyag elegyet ismertetnek.

A 243 735 számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett eljárásban koncentrált diszperziók diszperzibilitásának javítására szorbitán-észtert és diészter-kvaterner ammóniumvegyületeket alkalmaznak.

A 409 502 számú európai szabadalmi bejelentésben például észter-kvaterner ammóniumvegyületek és zsírsavak vagy sóik alkalmazását ismertetik.

A 240 727 számú európai szabadalmi leírásban a vízben való diszperzibilitás javítására diészter-kvaterner ammóniumvegyületek és szappanok vagy zsírsavak alkalmazását ismertetik.

A 4 874 554 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban hajkozmetikai készítményekben használható, polietoxicsoportokat tartalmazó diészter-kvaterner ammóniumvegyületek és előállítási eljárásuk ismertetését találjuk.

Az EP-A 409 504 számú leírás folyékony vagy paszta formájú textillágyító készítményt ismertet, amely biológiailag lebontható diészter textillágyítót és egy töltőanyagot tartalmaz. A leírás kitanítása szerint a készítmények diészter lágyítótartalma legfeljebb 12,15 tömeg%.

Az EP-A 239 910 számú leírás vizes textillágyító készítményre vonatkozik, amely biológiailag lebontható diészter textillágyítót és adott esetben nemionos felületaktív adalékot tartalmaz. A leírásban nincs említés szilárd készítményekről, és ilyen szilárd készítményekből hígítással előállítható folyékony készítményekről sem.

Találmányunk célja koncentrált textillágyító készítmények létrehozása, amelyek kis térfogatúak, továbbá kiváló a tárolási stabilitásuk, valamint viszkozitásuk, és megtartják biológiai lebonthatóságukat is.

A találmány szerinti koncentrált textillágyító készítmények diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyületet és viszkozitást és/vagy diszperzibilitást módosító szert tartalmaznak, és az alábbi összetételűek:

I. szemcsés szilárd készítmények, amelyek a következőket tartalmazzák:

A) 50–95 tömeg% biológiailag lebontható diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyület; és

B) 3–30 tömeg% viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szer, amely lehet:

1. egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag;

2. egy nemionos felületaktív anyag, amely legalább 8 etoxicsoportot tartalmaz; vagy

3. a fentiek elegyei; és

II. koncentrált folyékony készítmények, amelyek összetétele a következő:

A) 15–50 tömeg% biológiailag lebontható diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyület; és

B) 0,1–30 tömeg% viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szer, amely lehet:

1. egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag;

2. egy nemionos felületaktív anyag, amely legalább 8 etoxicsoportot tartalmaz; vagy

3. a fentiek elegyei; és

C) egy folyékony hordozó;

5 a folyékony hordozó víztartalma több, mint a hordozó tömegének 50%-a, előnyösen 80%-a, és a diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyület legalább 80 tömeg%-a diészter.

Az egyetlen hosszú láncú kvaterner ammóniumvegyületek, elsősorban az észtercsoportot is tartalmazó ilyen vegyületek és a jellemzően viszonylag nagyon etoxilált nemionos felületaktív anyagok vagy ezek elegyei olyan etoxilált nemionos felületaktív anyagok vagy ezek elegyei olyan koncentrált készítmények előállítását és megtartását teszik lehetővé, amelyek viszkozitása alacsony és/vagy diszperzibilitása jobb, mint a korábban ismert készítményeké. A fenti koncentrált textillágyító készítmény előállításához alkalmazott anyagok közül néhány anyag, például a későbbiekben részletes ismertetésre kerülő III diészter-kvaterner ammóniumvegyület premixek bármelyikében lévő lényegében lineáris zsírsav és/vagy zsíralkohol monoészterek önmagukban vagy a B) pontban ismertetett készítménnyel kombinálva a fluiditás javítására szolgál.

25 A készítmények lehetnek koncentrált vizes folyadékok, amelyek 15–50 tömeg%, előnyösen 15–35 tömeg% és még előnyösebben 15–30 tömeg% biológiailag lebontható diészter lágyító vegyületet tartalmaznak; vagy lehetnek nagyon előnyös koncentrált szemcsés szilárd anyagok, amelyek 50–95 tömeg%, előnyösen 60–90 tömeg% fenti lágyító vegyületet tartalmaznak.

A találmány egy másik változatában a szemcsés szilárd készítményekből víz hozzáadásával olyan híg vagy koncentrált készítményeket állítunk elő, amelyek 5–50 tömeg%, előnyösen 5–35 tömeg%, és még előnyösebben 5–30 tömeg% fenti diészter lágyító vegyületet tartalmaznak. Az I szemcsés szilárd készítményeket közvetlenül az öblítővízbe öntve is alkalmazhatjuk úgy, hogy megfelelő használati koncentrációjú (például az összes hatóanyagra számolva 10–1000 tömeg ppm, előnyösen 10–1000 tömeg ppm koncentrációjú) állítunk elő. A folyékony készítményeket a fenti használati koncentrációban az öblítővízbe öntve alkalmazhatjuk. Az öblítővízben alkalmazásra kerülő vízzel hígított szemcsés szilárd készítmények előnye, hogy a kisebb tömegük miatt sokkal gazdaságosabb a szállításuk, emellett a vásárlók által megszokott folyékony készítmények formájában alkalmazhatók alacsonyabb előállítási energiafelhasználás mellett (azaz a nyírási- és/vagy hőenergiafelhasználás csökken), és egyszerűsödik a lágyító vegyületek mérése és diszpergálása is.

A találmány még egy változatában a koncentrált textillágyító készítmények előállítása során alacsony viszkozitású premixet állítunk elő.

*A találmány részletes leírása:*

A) *A diészter-kvaterner ammóniumvegyület (diester quaternary ammonium compound = DEQA)*

60 A találmány szerinti készítmények lényeges komponense a DEQA, amelynek mennyisége:

I. a szilárd készítményekben 50–95 tömeg%, előnyösen 60–90 tömeg%; és

II. a folyékony készítményekben 15–50 tömeg%, előnyösen 15–35 tömeg% és még előnyösebben 15–30 tömeg%; és olyan I általános képlettel jellemezhető, amelyben

Y jelentése egymástól függetlenül –O–(O)C- vagy –C(O)–O-csoport;

m értéke 2 vagy 3;

n értéke egymástól függetlenül 1–4;

R jelentése egymástól függetlenül rövid láncú, 1–6 szénatomos, előnyösen 1–3 szénatomos alkil- vagy hidroxil-alkil-csoport, például metil- (a legelőnyösebb), etil-, propil- vagy hidroxil-etil-csoport vagy benzil-csoport vagy ezek elegyei;

R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül hosszú láncú, 12–22 szénatomos szénhidrogén- vagy helyettesített szénhidrogén-csoport, előnyösen 15–19 szénatomos alkil- és/vagy alkilén-csoport, és a legelőnyösebben 15–17 szénatomos egyenes láncú alkil- és/vagy alkilén-csoport; és az

X<sup>-</sup> ellenion lehet valamilyen lágyítószer kompatibilis anion, például klorid-, bromid-, metil-szulfát-, formiát-, szulfát- vagy nitrátcsoport és hasonló.

Megjegyezzük, hogy az R és R<sup>2</sup> szubsztituensek adott esetben lehetnek olyan, különböző csoportokkal, például alkoxi- vagy hidroxicsoporttal helyettesített csoportok és/vagy olyan telített, telítetlen és/vagy elágazó láncú csoportok, amelyek jelenlétében az R<sup>2</sup>-csoportok bázikus jellege megmarad. Előnyösek a textillágyító szerként széles körben alkalmazott, különböző difaggyú-dimetil-ammónium-klorid-diészterek [ditallow dimethyl ammonium chloride (DTDMAC)]. A DEQA legalább 80 tömeg%-a diészter és 0–20 tömeg%-ig terjedő mennyisége monoészter (például csak egy –Y–R<sup>2</sup>– általános képletű csoport).

A leírásban alkalmazott „diészter” kifejezés a szokásosan jelenlévő monoésztert magában foglaló, de egyéb hozzáadott monoésztert nem tartalmazó diészterekre vonatkozik. A lágyításra alkalmazott diészter %-os mennyiségének a lehető legmagasabbnak, előnyösen több, mint 90 tömeg%-nak kell lennie.

A találmány szerinti készítmények elsődleges lágyítószer hatóanyagaként alkalmazható fenti vegyületek előállítását a szakterületen szokásosan alkalmazott reakciókémiai úton állítjuk elő. A DTDMAC egyik diészter változatát például úgy állítjuk elő, hogy egy RN(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub> aminvegyületet egy R<sup>2</sup>C(O)Cl általános képletű acil-kloriddal mindkét hidroxilcsoportján észterezünk, majd egy RX általános képletű alkil-halogeniddal kvaternerizáljuk, és így olyan kívánt reakcióterméket kapunk, amelyben az R és R<sup>2</sup> jelentése azonos a fentiekben meghatározottakkal. Az előnyös diészter lágyító vegyület előállítási eljárását a továbbiakban részletesen ismertetjük. A szakember számára azonban nyilvánvaló, hogy az ismertetésre kerülő reakciórend a vegyületek széles körének előállítására alkalmas. Ilyen jellemző vegyületek például a következők [ezekben a hosszú láncú alkil helyettesítő csoportok

mindegyike egyenes láncú és a –C(O)R<sup>2</sup> általános képletű csoport keményített faggyúból származik]:

[HO–CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>3</sub>][CH<sub>3</sub>]<sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>]<sub>2</sub><sup>-</sup>Br

[C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>]<sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>17</sub>H<sub>32</sub>]<sub>2</sub>Cl<sup>-</sup>

5 [CH<sub>3</sub>][C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>]<sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>13</sub>H<sub>27</sub>]<sub>2</sub>I<sup>-</sup>

[C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>][C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>]<sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>]<sub>2</sub>SO<sub>4</sub><sup>-</sup>CH<sub>3</sub>

[CH<sub>3</sub>]<sub>2</sub><sup>+</sup>N–CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>Cl<sup>-</sup>

|  
CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>

10 [CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH][CH<sub>3</sub>]<sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)R<sup>2</sup>]<sub>2</sub>Cl<sup>-</sup>

[CH<sub>3</sub>]<sub>2</sub><sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OC(O)R<sup>2</sup>]<sub>2</sub>Cl<sup>-</sup>

A fentiekben ismertetett vegyületek (diészterek) hidrolízisre érzékenyek, ezért a találmány szerinti készítmények előállításakor óvatosan kezelendők. Így például a találmány szerinti stabil folyékony készítmények formázását 2–5, előnyösen 2–4,5 és még előnyösebben 2–4 pH-tartományban végezzük. A pH beállítására Brønsted-savat alkalmazunk. A diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyületeket tartalmazó stabil lágyítószer előállítását eljárásban alkalmazott pH-tartományokat a fentiekben hivatkozott 4 767 547 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetik.

A megfelelő Brønsted-savak jellemző képviselői például a szervetlen ásványi savak, karbonsavak, első sorban az alacsony molekulatömegű, 1–5 szénatomos karbonsavak és alkilszulfonsavak. Megfelelő szervetlen sav például a sósav, kénsav, salétromsav és foszforsav. Megfelelő szerves sav például a hangyasav, ecetsav, metilszulfonsav és etilszulfonsav. Előnyös a sósav és foszforsav.

A diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyületek (DEQA) olyan II általános képlettel jellemezhető, amelyben az R, R<sup>2</sup> és X jelentése egymástól függetlenül azonos a fentiekben meghatározottakkal. Ilyen vegyület például a következő:

[CH<sub>3</sub>]<sub>3</sub><sup>+</sup>N[CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>2</sub>OC(O)R<sup>2</sup>)OC(O)R<sup>2</sup>]<sub>2</sub>Cl<sup>-</sup>,

amelyben az –OC(O)R<sup>2</sup> általános képletű csoport keményített faggyúból származik.

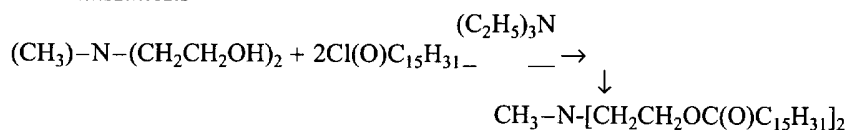
Az R jelentése egymástól függetlenül metil- vagy etilcsoport, és az R<sup>2</sup>-csoport egymástól függetlenül előnyösen 15–19 szénatomos. Az alkilcsoportok tartalmazhatnak elágazásokat, helyettesítő csoportokat és/vagy telítetlen csoportokat. Az X<sup>-</sup>-anion előnyösen valamilyen erős savanion, például klorid, bromid, jodid, szulfát és metil-szulfát; vagy az anion lehet kettős kötésű anion, és ebben az esetben az X<sup>-</sup> jelentése egy fél csoport. Az ilyen vegyületek stabil koncentrált folyadékkészítményekké való formálása általában nehezebb.

Ilyen típusú vegyületeket és előállítási eljárásukat ismertetnek a 4 137 180 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban, amelyet itt referenciaként tekintünk.

55 *A diészter-kvaterner ammóniumvegyületek előállítása*

A találmány szerinti előnyös, biológiailag lebontható diészter-kvaterner ammónium lágyító vegyületek előállítását a következőkben ismertetésre kerülő két lépésből álló eljárással végezhetjük:

## A). lépés: Aminsintézis



Egy visszafolyató hűtővel, argon- (vagy nitrogén-) bevezetővel és két adagolótölcsérrel ellátott, 3 literes, 3 nyakú lombikba 0,6 mol dietanol-metil-amint adunk. Az egyik adagolótölcsérbe 0,4 mol trietanol-amint és a másik adagolótölcsérbe metilén-dikloridban 1:1 térfogatarányban oldott 1,2 mol palmitoil-kloridot adunk. Az amint tartalmazó reakciólombikba 750 ml metilén-dikloridot adunk, és a lombikot vízfürdőben 35 °C-ra melegítjük. Hozzácepegtetjük a trietil-amint, a hőmérsékletet 40–45 °C-ra hagyjuk emelkedni, közben egy fél órán át keverjük. Ezután hozzácepegtetjük a palmitoil-klorid/metilén-diklorid oldatot, és inert atmoszférában, egy éjszakán át (12–16 óra) 40–45 °C-on tartjuk.

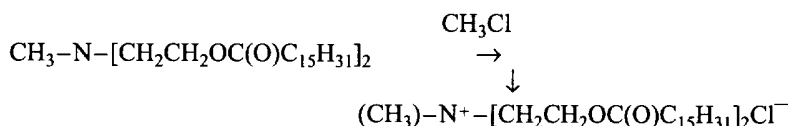
10

15

A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük, és 1500 ml kloroformmal hígítjuk. A kloroformos terméket egy 4 literes választótölcsérbe tesszük, majd rendre a következő oldatokkal mossuk: telített nátrium-klorid-oldat, híg kalcium-hidroxid-oldat, 50 tömeg%-os kálium-karbonát-oldat (3-szor)\* és végül telített nátrium-klorid-oldat. Az összegyűjtött szerves réteget magnézium-szulfáton megszáritjuk, leszűrjük, és az oldószereket rotációs bepárlóban eltávolítjuk. Az utolsó szárítást nagyvákuumban, 3,3 Pa (0,25 mmHg) nyomáson végezzük.

\* Megjegyzés: Az 50 tömeg%-os kálium-karbonát-oldat a kloroformos réteg alatt van.

B) lépés: Kvaternerizálás



Egy autoklávperselybe 0,5 mol A) lépésben nyert metil-dietanol-palmitátot és 200–300 ml vízmentes acetonitrilt mérünk be. A mintát ezután betesszük az autoklávba, és 21,4 bar (16 275 mmHg) nyomású nitrogénnel háromszor, majd kloroformmal egyszer öblítjük. A reakcióelegyet kloroformmal 24 órán át 80 °C-on 4,7 bar (3604 mmHg) nyomás alatt tartjuk. A reakcióelegytől elválasztjuk az autoklávperselyt. A mintát kloroformban oldjuk, és az oldószert rotációs bepárlóban eltávolítjuk, majd az anyagot nagyvákuumban, 3,3 Pa (0,25 mmHg) nyomáson megszáritjuk.

30

35

B) A viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek

B1. Az egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó felületaktív anyag

A mono-hosszú láncú alkilcsoportot (vízoldható) tartalmazó kationos felületaktív anyag mennyisége:

I. a szilárd készítményekben 0–15 tömeg%, előnyösen 3–15 tömeg% és még előnyösebben 5–15 tömeg%; és II. folyékony készítményekben 0–15 tömeg%, előnyösen 0,5–10 tömeg%, és az összes egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyagnak legalább egy hatásos mennyiségben jelen kell lennie.

45

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható mono-hosszú szénláncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag előnyösen olyan III általános képletű kvaterner ammóniumsó, amelyben

50

R<sup>2</sup> jelentése 10–22 szénatomos szénhidrogéncsoport, előnyösen 12–18 szénatomos alkilcsoport vagy az észtercsoport és a nitrogénatom között 1–4 szénatomos rövid szénláncú alkilcsoportot tartalmazó hasonló szénhidrogéncsoport, például egy kolin-zsír-sav-észter, előnyösen 12–14 szénatomos (kókusz) kolin-észter és/vagy 16–18 szénatomos faggyú-kolin-észter. Az R<sup>3</sup> jelentése egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy helyettesített, például (hidroxi-) alkil-

60

csoport vagy hidrogénatom, előnyösen metilcsoport, és az X<sup>-</sup>-ellenion jelentése vagy lágyítószer kompatibilis anion, például klorid-, bromid-, metil- vagy szulfátion.

A készítményhez hozzáadott mennyisége a találmány szerinti készítményhez hozzáadandó egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag mennyiségével azonos. Ezek a mennyiségek nem tartalmazzák az A komponensben már jelenlévő monoészter mennyiségét, a diészter-kvaterner ammóniumvegyület mennyiségét, ezeknek együttesen hatásos mennyiségben kell jelen lenniük.

Az egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag hosszú láncú R<sup>2</sup> alkilcsoportja a szilárd készítmények esetén egy 10–22 szénatomos, előnyösen 12–16 szénatomos alkilcsoportot és folyékony készítmények esetén egy 12–18 szénatomos alkilcsoportot tartalmaz. Ez az R<sup>2</sup>-csoport egy olyan csoporton keresztül kapcsolódhat a kationos nitrogénatomhoz, amely a hidrofilitás és biodegradabilitás növelésére egy vagy több észter-, amid-, éter- vagy aminkapcsolócsoportot tartalmaz. Ezek a kapcsolócsoportok előnyösen a nitrogénatom három szénatomja között vannak. Megfelelő, hosszú láncban egy észter-kapcsolócsoportot tartalmazó, biológiailag lebontható, egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyagot ismertetnek a 4 840 738 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban.

Ha a megfelelő, nem kvaterner aminokat alkalmazzuk, az észtercsoport stabilizálására hozzáadott bármilyen sav (előnyösen egy ásványi vagy egy polikarbon-sav) a készítményben és elsősorban az öblítés alatt az aminkomponenst is protonálva tartja úgy, hogy az aminhoz kationos csoport kapcsolódik. A készítmény pufferolását úgy végezzük, hogy a pH-ját 2–5, előnyösen 2–4 értékre állítjuk be, és így a vizes folyékony

koncentrált termékben, valamint a hígítással kapott kevésbé koncentrált termékben és/vagy a mosó folyamat öblítőkiklusában hatásos töltéssűrűséget tartunk fenn.

Megjegyezzük, hogy a vízzoldható kationos felületaktív anyag elsődleges feladata a viszkozitás csökkentése és/vagy a diészter lágyítószer diszpergáló képességének növelése, ezért nem lényeges, hogy maga is lényegesen lágyító hatású legyen, de ez is előfordulhat.

Mivel ezek a felületaktív anyagok csak egyetlen hosszú alkil-láncot tartalmaznak, következésképpen a vízben jobban oldódnak, megóvhatják a diészter lágyítószert az öblítőkiklusba továbbjutó anionos felületaktív anyaggal és/vagy detegens szennylebegtetővel való kölcsönhatástól.

Egyéb, egyetlen 12–30 szénatomos alkil-láncot tartalmazó, gyűrűszerkezetű kationos anyagok, például alkil-imidazolin, imidazolinium, piridin és piridinium-sók is alkalmazhatók. A gyűrűs szerkezetek, például imidazolin stabilizálásához nagyon alacsony pH-t kell alkalmazni.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható alkil-imidazolinium-sók lehetnek például olyan IV általános képletű vegyületek, amelyekben

$Y^2$  jelentése  $-C(O)-O-$ ,  $-O-(O)-C$ -csoport vagy olyan  $-C(O)-N(R^5)$  vagy  $-N(R^5)C(O)-$  általános képletű csoport, amelyekben  $R^5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport;

$R^6$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport;

$R^7$  és  $R^8$  jelentése egymástól függetlenül a fentiekben ismertetett egyetlen hosszú láncú  $R^2$ -csoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag  $R$ - és  $R^2$ -csoportjának jelentésénél meghatározott csoport.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható alkil-piridinium-sók lehetnek például olyan V általános képletű vegyületek, amelyekben  $R^2$  és  $X^-$  jelentése azonos a fentiekben meghatározottakkal.

#### B2. A nemionos felületaktív anyagok ismertetése (alkoxilezett anyagok)

A viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként megfelelően alkalmazható nemionos felületaktív anyagok az etilén-oxid és adott esetben a propilén-oxid például zsíralkoholokkal, zsírsavakkal és zsíraminokkal alkotott addíciós termékei.

Nemionos felületaktív anyagként minden, későbbiekben ismertetésre kerülő, jellemző típusú alkoxilált anyag alkalmazható. A találmány szerinti nemionos felületaktív anyagok mennyisége a szilárd készítményekben 5–20 tömeg%, előnyösen 8–15 tömeg% és folyékony készítményekben 0–5 tömeg%, előnyösen 0,1–5 tömeg% és még előnyösebben 0,2–3 tömeg%. A megfelelő vegyületek olyan VI általános képletű vízzoldható felületaktív anyagok, amelyekben

$R^2$  jelentése a szilárd és folyékony készítményeknél egyaránt primer, szekunder és elágazó láncú alkil- és/vagy szénhidrogéncsoport; primer, szekunder és elágazó láncú alkenil-szénhidrogén-csoport; és primer, szekunder és elágazó láncú alkil- és alkenil-szubsztituált fenolos szénhidrogéncsoport; a szénhidrogéncsoportok 8–20, előnyösen 10–18 szénatomot tartalmaznak. Még előnyösebben a folyékony készítmények esetén a szénhidro-

génlánc hossza 16–18 szénatomos és szilárd készítmények esetén 10–14 szénatomos. A fenti etoxilált nemionos felületaktív anyag általános képletében

Y jelentése tipikusan olyan  $-O-$ ,  $-C(O)O$ -csoport vagy  $-C(O)N(R)-$  vagy  $-C(O)N(R)-$  általános képletű csoport, amelyekben

$R^2$  és R jelentése azonos a fentiekben meghatározottakkal, és/vagy R jelentése lehet hidrogénatom; és

z értéke legalább 8, előnyösen legalább 10–11. Ha kevesebb etoxilált csoport van jelen, a lágyító készítmények hatása és rendszerint stabilitása is csökken.

A találmány szerinti nemionos felületaktív anyagok HLB-értéke (hidrofil-lipofil egyensúly) 7-től 10-ig, előnyösen 8-tól 15-ig terjed. Az  $R^2$  és az etoxilált csoportok számának meghatározása természetesen általában a felületaktív anyag HLB-értékét is meghatározza. Meg kell jegyezni azonban, hogy a találmány szerinti koncentrált folyékony készítményekben alkalmazható nemionos etoxilált felületaktív anyag komponense viszonylag hosszú láncú  $R^2$ -csoportokat tartalmaz, és viszonylag nagy mértékben etoxilált. A rövid etoxicsoportokat tartalmazó, rövidebb alkil-láncú felületaktív anyagok HLB-értéke megfelelő lehet ugyan, a találmány szerinti készítményekben mégsem alkalmazhatók hatásosan.

A nagyobb mennyiségű parfümöt tartalmazó találmány szerinti készítményekben alkalmazott egyéb módosító szerekhez viszonyítva a nemionos felületaktív anyag viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek előnyösek.

A következőkben a nemionos felületaktív anyagok jellemző képviselőit ismertetjük. Az ismertetésre kerülő példákban a molekulában lévő etoxil(EO)-csoportok számát számmal jelöljük.

##### A) Egyenes láncú primer alkoxilátok

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek lehetnek olyan hexadekanol- és oktadekanol-, deka-, undeka-, dodeka-, tetradeka- és pentadeka/etoxilátok, amelyek HLB-értéke a fenti tartományba esik. A találmány szerinti készítményekben alkalmazható etoxilált primer alkohol viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek jellemző képviselői a  $n-C_{18}EO(10)$  és a  $n-C_{10}EO(11)$ . A „faggyú” lánchosszúságú etoxilált természetes és szintetikus alkoholegyek is jól alkalmazhatók. Ilyen anyagok például a faggyúalkohol-EO(11), faggyúalkohol-EO(18) és faggyúalkohol-EO(25).

##### B) Egyenes láncú, szekunder alkohol-alkoxilátok

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek lehetnek olyan 3-hexadekanol-, 2-oktadekanol-, 4-ejkozanol- és 5-ejkozanol-, deka-, undeka-, dodeka-, tetradeka- és pentadeka-, oktadeka- és nonadeka-etoxilátok, amelyek HLB-értéke a fenti tartományba esik. A találmány szerinti készítményekben alkalmazható etoxilált szekunder alkohol viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek jellemző képviselői a  $2-C_{16}EO(11)$ ,  $2-C_{20}EO(11)$  és a  $2-C_{16}EO(14)$ .

##### C) Alkil-fenol-alkoxilátok

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek lehetnek

olyan alkilezett fenol-, hexa-, hepta- vagy oktadeka-etoxilátok, elsősorban monohidro-alkil-fenolok, amelyek HLB-értéke a fenti tartományba esik. A találmány szerinti készítményekben jól alkalmazhatók például a p-tridecil-fenol-, m-pentadecil-fenol-hexa-, hepta- és oktadeka-etoxilátok. A találmány szerinti készítményekben jól alkalmazható etoxilált alkil-fenol viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek például a p-tridecil-fenol-EO(11) és a p-pentadecil-fenol-EO(18).

A szakirodalomhoz hasonlóan a leírásban a nemionos vegyületben lévő fenilénsoportot általában a 2–4 szénatomos alkilénsoporttal egyenértékűnek tekintjük. A fenilénsoportot tartalmazó nemionos vegyületeket a találmány céljai szempontjából az alkil-csoportok szénatomszámát összegezzük, és ehhez hozzáadunk fenilénsoportonként 3,3-t.

#### D) Olefin-alkoxilátok

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek lehetnek olyan alkenil-alkoholok, primer és szekunder alkoholok egyaránt, és a fentiekben ismertetettekkel azonos alkenil-fenolok, amelyek HLB-értéke a fenti tartományba esik.

#### E) Elágazó láncú alkoxilátok

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek lehetnek a jól ismert „OXO” szintézissel előállított primer és szekunder alkoholok etoxilált származékai is.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazott fentiekben ismertetett etoxilált nemionos felületaktív anyagok alkalmazhatók önmagukban vagy egymással kombinálva, és a „nemionos felületaktív anyag” kifejezés a vegyes felületaktívanyag-elegyekre vonatkozik.

#### B3. Elegyek

Az „elegy” kifejezés a DEQA-ban lévő bármilyen, a monoészteren kívül a készítményhez adott nemionos felületaktív anyag és egyetlen hosszú alkil-láncú kationos felületaktív anyag elegyére vonatkozik.

A fentiekben ismertetett viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek nagyon kívánatosak. Az egyetlen hosszún láncú kationos felületaktív anyag javítja a diszperzibilitást, és a primer DEQA-t a mosófolyadékából továbbjutó anionos felületaktív anyag és/vagy detergens szennylebegtető hatásától megvédi.

A szilárd készítményekben lévő viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerek mennyisége 3–30 tömeg%, előnyösen 5–20 tömeg%; és a folyékony készítmények esetén ez a mennyiség 0,1–30 tömeg%, előnyösen 0,2–20 tömeg%.

#### III. Diésztertartalmú, alacsony viszkozitású premix készítmények

##### Kvaterner ammóniumvegyületek és premix fluidizáló szerek

A találmány szerinti premix készítmény összetétele a következő: lényegében DEQA, adott esetben egy viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szer és egy premix fluidizáló szer. Az olvadt premixet hűtéssel és/vagy oldószer-eltávolítással megszilárdíthatjuk, vagy például a vizes folyékony hordozóba való, előnyösen nagy nyíróerővel megvalósított injektálással koncentrált folyadékká alakíthatjuk át.

A találmány szerinti, elsősorban koncentrált vizes folyadékkészítmény formálásánál az olvadt DEQA premixben előnyösen hatásos mennyiségű fluidizálószert alkalmazunk. A premix viszkozitásának előnyösen 10 Pa.s vagy ettől kisebb, előnyösen 4 Pa.s vagy ettől kisebb és még előnyösebben 2 Pa.s vagy ettől kisebb értéknek kell lennie. Az olvadt premix hőmérséklete 100 °C vagy ettől kisebb, előnyösen 95 °C vagy ettől kisebb és még előnyösebben 85 °C vagy ettől kisebb.

A jól alkalmazható premix fluidizáló szerek közé tartoznak az olyan anyagok, amelyek összetétele a következő:

1. 1–15 tömeg%, előnyösen 2–10 tömeg% lineáris zsírsav-monoészter, például alacsony molekulatömegű alkoholokkal alkotott zsírsav-észter, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:5)–(1:100), előnyösen (1:10)–(1:50);
2. 2–25 tömeg%, előnyösen 4–15 tömeg% rövid láncú, 1–3 szénatomos alkohol, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:3)–(1:50), előnyösen (1:5)–(1:25);
3. 1–40 tömeg%, előnyösen 2–30 tömeg% diszubsztituált imidazolin-észter, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (2:3)–(1:100), előnyösen (1:2)–(1:50);
4. 1–20 tömeg%, előnyösen 2–10 tömeg% zsíralkilimidazolin vagy imidazolin-alkohol, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:4)–(1:100), előnyösen (1:8)–(1:50);
5. 1–35 tömeg%, előnyösen 2–25 tömeg% fentiekben ismertetett B1. egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó, vízoldható kationos felületaktív anyag, elsősorban monozsíralkil, például faggyúalkil-trimetilammónium-klorid, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:2)–(1:100), előnyösen (1:3)–(1:50);
6. 1–40 tömeg%, előnyösen 2–25 tömeg% 10–22 szénatomos di(hosszú láncú)amin, di(hosszú láncú észter)amin, mono(hosszú láncú)-amin, mono(hosszú láncú észter)-amin, alkilén-poliammónium-sók, például lizin és 1,5-diammónium-2-metil-pentán-dihidroklorid és/vagy amin-oxid, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:2)–(1:100), előnyösen (1:4)–(1:50);
7. 1–25 tömeg%, előnyösen 2–10 tömeg% 10–22 szénatomos alkil- vagy alkenil-borostyánkősavanhidrid vagy sav és/vagy 10–22 szénatomos hosszú láncú alkohol vagy sav, amelynek DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:3)–(1:100), előnyösen (1:10)–(1:50); és
8. A fentiek elegyei.

A premix fluidizáló szereket előnyösen a fenti 1., 3., 4., 5. csoportból vagy ezek elegyeiből választjuk.

A rövid láncú alkoholok, alacsony molekulatömegű alkoholok és zsírsavak a DEQA-val és egy viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szerrel elegyítve folyékony premix készítményt alkotnak ugyan, de a stabil koncentrált folyékony termékek előállításához nem alkalmasak. A találmány szerinti koncentrált vizes folyékony készítmények a stabilitás érdekében előnyösen lényegében alacsony molekulatömegű alkohol-, zsíralkohol- és zsírsavmentesek.

A DEQA premix fluidizálására a fentiekben ismertett lineáris zsír-monoésztereket alkalmazhatunk. Ilyen DEQA premix fluidizáló szer például a faggyúmetil-észter.

Amint azt a fentiekben ismertettük, a vízzoldható, kationos felületaktív anyag potenciális forrása maga a DEQA. A nyers DEQA kis mennyiségű monoésztert tartalmaz. Monoésztert kis mennyiségű DEQA részleges észterifikálásával vagy hidrolizálásával, majd a zsírsav melléktermék extrahálásával nyerhetünk. A találmány szerinti készítménynek csak kis mennyiségű zsírsav mellékterméket vagy más forrásból származó zsírsavat szabad tartalmaznia vagy ezektől mentesnek kell lennie, mert különben a készítmény hatása romlik. A találmány szerinti készítmények szabad zsírsavtartalma a készítmény tömegére számolva legfeljebb 5 tömeg%, előnyösen a diészter-kvaterner ammóniumvegyület tömegére számolva legfeljebb 25 tömeg%.

A diszubsztituált imidazolin-észter lágyító vegyületeket, imidazolil-alkoholokat és monofaggyú-trimetilammónium-kloridot a leírás korábbi és további részében részletesen ismertettük.

C) Az adott esetben alkalmazott egyéb adalékanyagok

#### 1. Folyékony hordozó

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható folyékony hordozók közül a legelőnyösebb a viszonylag olcsón beszerezhető, biztonságos és a környezettel kompatibilis víz. A folyékony hordozó víztartalma a hordozó tömegére számolva több, mint 50 tömeg%, előnyösen több, mint 85 tömeg%. A folyékony hordozó mennyisége több, mint 50 tömeg%, előnyösen több, mint 65 tömeg% és még előnyösebben több, mint 70 tömeg%. Hatásos folyékony hordozó a víz és az alacsony, például 100-nál kisebb molekulatömegű szerves oldószerek, például a rövidebb szénláncú alkoholok, például etanol-, propanol-, izopropil-alkohol- vagy butanolegyek. Az alacsony molekulatömegű alkoholok közé tartoznak a monohidro-, dihidro-alkoholok (például glikol), trihidroxi-alkoholok (glicerin) és a polihidroxi-alkoholok (poliolok).

#### 2. Lényegében lineáris zsírsav és/vagy zsíralkohol-monoészterek

##### Zsíralkohol/monoészterek

A találmány szerinti készítmény adott esetben egy lényegében lineáris zsírmonoésztert is tartalmazhat; és ez az anyag kis mennyiségű adalékanyagként legalább kis mennyiségben a DEQA nyersanyagban is jelen lehet.

A módosító szer hatásának javítására alkalmazhatunk olyan, lényegében lineáris zsírsav- és/vagy zsíralkohol-monoésztereket, amelyek összesen 12–25, előnyösen 13–22 és még előnyösebben 16–20 szénatomot tartalmaznak, és a sav vagy alkohol zsírcsoportja 10–22, előnyösen 12–18 és még előnyösebben 16–18 szénatomot tartalmaz. A rövidebb, alkohol- vagy savcsoport 1–4, előnyösen 1–2 szénatomot tartalmaz. Előnyös zsírsav-észterek a rövidebb szénláncú alkoholok, például a metanol. A DEQA nyersanyag némi esetben tartalmaz ilyen lineáris monoésztereket, és/vagy ezeket a monoésztereket premix fluidizáló szer-

ként hozzáadhatjuk a DEQA premixhez és/vagy a lágyító készítmény előállításánál során a viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerhez.

#### 3. Az adott esetben alkalmazott nemionos lágyítószer

5 Az adott esetben alkalmazható találmány szerinti járókékos lágyítószer egy nemionos textillágyító anyag. Ezek a nemionos textillágyító anyagok 2–9 és még tipikusan 3–7 HLB-értékkel jellemezhetők. Az ilyen nemionos textillágyító anyagok akár önmagukkal, akár 10 egyéb anyagokkal, például a fentiekben ismertett egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyaggal könnyen diszpergálhatók. A diszperzibilitás több egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag alkalmazásával, a 15 fentiekben ismertett egyéb anyagokkal való keveréssel, melegebb víz alkalmazásával és/vagy erőteljesebb keveréssel növelhető. Ezeknek az anyagoknak általában viszonylag kristályosabbaknak, nagyobb (például 100 °C feletti olvadáspontúaknak és jobban vízzoldhatóknak kell lenniük).

Az adott esetben alkalmazott nemionos lágyítószer mennyisége a szilárd készítmények esetén tipikusan 10–40 tömeg%, előnyösen 15–30 tömeg%, és a DEQA-hoz viszonyított tömegaránya (1:6)–(1:2), előnyösen (1:4)–(1:2); és a folyékony készítmények esetén ez a mennyiség tipikusan 0,5–10 tömeg%, előnyösen 1–5 tömeg%.

Előnyös nemionos lágyítószer az olyan polihidro-alkohol-részleges zsírészterek és ezek anhidridjei, amelyekben az alkohol- vagy anhidridcsoport 30 szénatomszáma 2-től 18-ig, előnyösen 2-től 8-ig terjed, és a zsírsavcsoportok mindegyike 12–30, előnyösen 16–20 szénatomos. Az ilyen lágyítószer molekulánként tipikusan 1–3, előnyösen 2 zsírsavcsoportot tartalmaznak.

Az észter polihidroxi-alkoholrésze lehet etilén-glikol, glicerin, poli(például di-, tri-, tetra-, penta- és/vagy hexa-)glicerin, xilit, szacharóz, eritrit, pentaeritrit, -szorbit vagy szorbitán. Különösen előnyösek a szorbitán-észterek és poli-glicerin-monosztearát.

Az észter zsírsavrésze általában faggyúsavakból származik, és szénatomszáma 12–30, előnyösen 16–20; ilyen zsírsav például a laurinsav, mirisztinsav, palmitinsav, sztearinsav és behénsav.

45 A találmány szerinti készítményekben nagyon előnyös, adott esetben alkalmazható nemionos lágyítószer a dehidratált szorbitánvegyületek monoészterei és a glicerin-észterek.

A tipikusan glükóz katalitikus hidrogénezésével előállított szorbitol dehidratálását ismert eljárásokkal végezhetjük, és így 1,4- és 1,5-szorbit-anhidridet és kis mennyiségű izoszorbidokat tartalmazó elegyet kapunk (lásd a 2 322 821 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírást).

55 A szorbitolanhidridek fentiekben ismertett típusú elegyeit közös néven „szorbitán”-nak nevezik. Megjegyezzük, hogy ez a „szorbitán”-elegy is tartalmaz valamennyi, nem gyűrűs szorbitolt.

60 A fentiekben ismertett és a találmány szerinti készítményekhez alkalmazható szorbitán típusú lágyító-



szerek előállítását úgy végezzük, hogy a „szorbitán”-elegyet egy faggyúacilcsoporttal szokásos eljárással észterezzük, például zsírsav-halogeniddel reagáltatjuk. Az észterifikálást bármilyen hozzáférhető hidroxilcsoporttal végezhetjük, és különböző, például mono- és diésztereket állíthatunk elő. Az ilyen reakciók valójában majdnem mindig mono-, di- és triészterelegyeket eredményeznek, és a kívánt termék egyszerűen a reagensek sztöchiometriai beállításával állítható elő.

A szorbitán-észter anyagok ipari méretű előállításához az éterezés és észterezés kivitelezését általában ugyanabban a reakciólépésben végezzük szorbitol és zsírsavak közvetlen reagáltásával. A szorbitán-észter-előállítás fenti eljárásának részletesebb ismertetését a következő irodalmi helyen találjuk: McDonald; „Emulsifiers”: Processing and Quality Control, *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 45, October 1968.

Az előnyös szorbitán-észterek részletes ismertetését és képleteit megtaláljuk a 4 128 484 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban.

A találmány szerinti készítményekben a fenti előnyös szorbitán-észterek bizonyos származékai is alkalmazhatók. Ilyen vegyületek például az olyan „rövidebb” etoxilátszármazékok (azaz mono-, di- és triészterek), amelyekben egy vagy több nem észterezett hidroxicsoport 1–20 oxo-etilén-csoportot tartalmaz (Tweens kereskedelmi nevű szerek). Ennek megfelelően a találmány céljaira alkalmas „szorbitán-észter”-ek az ilyen származékokat is magukban foglalják.

A találmány céljainak megfelelő észterelegyek közül előnyösek a lényeges mennyiségű di- és triszorbitán-észtereket tartalmazó elegyek. Az észterelegyek előnyösen 20–50 tömeg% monoésztert, 25–50 tömeg% diésztert és 10–35 tömeg% tri- és tetraésztert tartalmaznak.

A kereskedelmi forgalomban lévő szorbitán-monoészter, például monosztearát valóban lényeges mennyiségű di- és triésztereket tartalmaz, és a szorbitán-monosztearát tipikus analitikai eredményei azt mutatják, hogy 27 tömeg% mono-, 32 tömeg% di- és 30 tömeg% triészterből áll. Emiatt a kereskedelemben kapható szorbitán-monosztearát a találmány céljaira előnyös anyag. Jól alkalmazhatók az olyan szorbitán-sztearát: szorbitán-palmitát-elegyek, amelyekben a sztearát: palmitát tömegarány (10:1)–(1:10). Az 1,4- és 1,5-szorbitán-észterek egyaránt jól alkalmazhatók.

A találmány szerinti lágyító készítményekben alkalmazható egyéb alkil-szorbitán-észterek a következő vegyületek: szorbitán-monolaurát, szorbitán-monomirisztát, szorbitán-monopalmitát, szorbitán-monobehenát, szorbitán-monooleát, szorbitán-dilaurát, szorbitán-dimirisztát, szorbitán-dipalmitát, szorbitán-disztearát, szorbitán-dibehenát, szorbitán-dioleát és ezek elegyei, valamint a vegyes faggyúalkil-szorbitán-mono- és diészterek. Ilyen elegyeket könnyen előállíthatunk úgy, hogy a következőkben ismertetésre kerülő hidroxiszubsztituált-szorbitánokat, elsősorban 1,4- és 1,5-szorbitánokat egy egyszerű észterifikáló reakció megvalósításával a megfelelő savval vagy sav-kloriddal rea-

gáltatunk. Természetesen belátható, hogy az ilyen módon előállított kereskedelmi anyagok olyan elegyek, amelyek általában például kis mennyiségű nem gyűrűs szorbitolt, zsírsavakat, polimereket, izoszorbidszerkezeteket tartalmaznak. A találmány céljaira alkalmas ilyen elegyek előnyösen a lehető legkevesebb szennyező anyagot tartalmaznak.

A találmány céljaira előnyös szorbitán-észterek előnyösen 15 tömeg%-ig terjedő mennyiségű, 20–26 és ettől több szénatomos zsírsavat, valamint kis mennyiségű, 8 és ettől kevesebb szénatomos zsírszert tartalmaznak.

Ugyancsak előnyösek a glicerín- és poliglicerín-észterek, elsősorban a glicerín-, triglicerín- és poliglicerín-mono- és/vagy diészterek, előnyösen monoészterek, például a Radiasurf 7248 kereskedelmi nevű poliglicerín-monosztearát. A glicerín-észterek előállítását a természetben előforduló trigliceridek normál extrahálásával vagy a szorbitán-észterek fentiekben ismertetett észterifikálási előállítási eljárásával állíthatjuk elő. A glicerín-részleges észterek etoxilálásával is előállíthatunk jól alkalmazható, úgynevezett „glicerín-észter”-származékokat.

Jól alkalmazható glicerín- és poliglicerín-észterek a sztearinsavval, oleinsavval, palmitinsavval, laurinsavval, izosztearinsavval, mirisztinsavval és/vagy beheninsavval képzett mono- és diészterek. Megjegyezzük, hogy a tipikus monoészterek valamennyi di- és triésztert is tartalmaznak.

A „glicerín-észterek” közé tartoznak a poliglicerín-, például a diglicerintől az oktaglicerinig terjedő észterek. A poliglicerín-poliol-vegyületek előállítását úgy végezzük, hogy glicerint vagy epiklórhidrint egymással kondenzáltatunk, és így étercsoportokon keresztül kapcsolódó glicerincsoportokat kapunk. Előnyösek a poliglicerín-polioldiészterek; és a zsírsavcsoportok tipikusan a szorbitán- és glicerín-észterek fenti ismertetésénél meghatározottakkal azonosak.

A glicerín- és poliglicerín-monoészterek hatása például a fentiekben ismertetett diészter kationos anyag alkalmazásával javítható.

Még további kívánatos, adott esetben alkalmazott „nemionos” lágyítószerkezetek az anionos detergens felületaktív anyag és zsíramin ionpárok vagy ezek kvaterner ammóniumszármazékai; ilyen anyagokat ismertetnek például a 4 756 850 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban. Ezek az ionpárok a nemionos anyagokhoz hasonlóan vízben nehezen disszociálnak. Ezek az anyagok tipikusan legalább két hidrofób csoportot (láncot) tartalmaznak.

Az ionpárkomplexek lehetnek olyan VII általános képletű vegyületek, amelyekben

$R^4$  jelentése egymástól függetlenül 12–20 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport;

$R^5$  jelentése hidrogénatom vagy metilcsoport;

$A^-$  jelentése egy anionos vegyület, amely lehet számos felületaktív anyag, vagy rövidebb alkil-láncú, felületaktivitást nem mutató vegyület. Ezek jellemző képviselői például a következő vegyületek: alkilszulfonátok, arilszulfonátok, alkil-aril-szulfonátok, alkil-szulfátok,

dialkil-szulfoszukcinátok, alkil-oxi-benzolszulfonátok, acil-izetionátok, acil-alkil-taurátok, alkil-etoxilált-szulfátok, olefinszulfonátok, előnyösen benzolszulfonátok és lineáris alkil-benzolszulfonátok, valamint ezek elegyei.

A leírásban alkalmazott „alkilszulfonát” és „lineáris alkil-benzolszulfonát” kifejezésen olyan vegyületeket, ezen belül alkilvegyületeket értünk, amelyek szulfonát-csoportja a karbonláncon elhelyezkedhet rögzített helyzetben vagy véletlenszerűen. Az előállítást olyan VIII 10 általános képletű alkil-aminokból végezzük, amelyekben R<sup>4</sup> jelentése egymástól függetlenül 12–20 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport és R<sup>3</sup> jelentése hidrogénatom vagy metilcsoport.

A találmány céljaira megfelelő ionpárkomplexek (A<sup>-</sup>) anionos vegyület komponensei lehetnek alkilszulfonátok, arilszulfonátok, alkil-arilszulfonátok, alkil-szulfátok, alkil-etoxilált-szulfátok, dialkil-szulfoszukcinátok, etoxilált-alkil-szulfátok, alkil-oxi-benzolszulfonátok, acil-izetionátok, acil-alkil-taurátok és paraffin-szulfonátok.

A találmány szerinti ionpárkomplexekben alkalmazható előnyös (A<sup>-</sup>) lehet benzolszulfonát és 1–5 szénatomos lineáris alkil-benzolszulfonát (LAS), elsősorban 1–3 szénatomos LAS. A legelőnyösebb a 3 szénatomos LAS. A LAS benzolszulfonát-csoportja az alkil-lánc bármelyik szénatomján elhelyezkedhet, és általában a három vagy több szénatomos alkil-lánc második szénatomjához kapcsolódik.

Még előnyösebbek az olyan kombinációk, amelyek egy benzolszulfonáttal vagy egy 1–5 szénatomos lineáris alkil-benzolszulfonáttal komplex difaggyú-amint (hidrogénezett vagy nem hidrogénezett) és egy benzolszulfonáttal vagy egy 1–5 szénatomos lineáris alkil-benzolszulfonáttal komplex disztearil-amint tartalmaznak. Még előnyösebbek az 1–3 szénatomos lineáris alkil-benzolszulfonáttal (LAS) komplex hidrogénezett difaggyú-amin- vagy disztearil-amin-vegyületek. A legelőnyösebb komplexek a 3 szénatomos lineáris alkil-benzolszulfonáttal komplex hidrogénezett difaggyú-amin- vagy disztearil-amin-vegyületek.

Az amin:nemionos vegyület mólaránya (10:1)–(1:2), előnyösen (5:1)–(1:2), még előnyösebben (2:1)–(1:2) és a legelőnyösebben 1:1. Az előállítást számos eljárással végezhetjük. Eljárhatunk például úgy, hogy az anionos vegyületet (savas formában) és az amint megolvastjuk, majd a kívánt szemcsetartományú méretre alakítjuk át.

Az ionpárkomplexek és előállítási eljárásuk ismertetését, valamint az ionpárkomplexek és kiindulási aminok jellemző példáit megtaláljuk a 4 915 854 és az 5 019 280 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban.

A találmány céljaira alkalmas ionpárokat általában úgy állítjuk elő, hogy egy legalább egy, előnyösen két hosszú hidrofób láncú (12–30, előnyösen 11–20 szénatomos) amint és/vagy kvaterner ammóniumsót egy olyan anionos detergenssel reagáltatunk, amelyet a 4 756 850 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi iratban, elsősorban a 3. oszlop 29–47. sorában ismertetnek. A reakció kivitelezésére alkalmas eljá-

rást ismertetnek a fenti leírás 3. oszlopának 48–65. sorában.

A 12:3 szénatomos zsírsavakkal alkotott ekvivalens ionpárok is használhatók. Az ilyen anyagok közismerten jó textillágyító szerek, amint azt a 4 237 155 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetik.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható egyéb zsírsav-részleges észterek a következő vegyületek: etilén-glikol-disztearát, propilén-glikol-disztearát, xilit-monopalmitát, pentaeritrit-monosztearát, szacharóz-monosztearát, szacharóz-disztearát és glicerín-monosztearát. A kereskedelmi monoészterek a szorbitán-észterekhez hasonlóan általában lényeges mennyiségű di- vagy triésztert tartalmaznak.

A további megfelelő nemionos textillágyító szerek közé tartoznak még a következő vegyületek: hosszú láncú zsíralkoholok vagy észterek, amelyek 16–30, előnyösen 18–22 szénatomot tartalmaznak, valamint ezek kis szénatomszámú (1–4 szénatomos) zsíralkoholokkal vagy zsírsavakkal képzett észterei és kis szénatomos (1–4) alkoxilált (1–4) szénatomos származékai.

Az ilyen egyéb zsírsav-részleges észterek, zsíralkoholok és/vagy savak és/vagy ezek észterei és alkoxilált alkoholszármazékai, valamint az optimális emulziót/diszperziót nem alkotó szorbitán-észterek hatása a jobb eredmények elérése érdekében egyéb, fentiekben ismertetett és a továbbiakban ismertetésre kerülő di-hosszú láncú kationos anyagok vagy egyéb nemionos 30 lágyítószer anyagok hozzáadásával javítható.

A fentiekben ismertetett nemionos vegyületeket helyesen nevezik „lágyítószer”-nek, mert megfelelő eljárással a textíliára alkalmazva a textília lágy, sima érzetét keltik. Azonban, ha ezeket az anyagokat egy híg, vizes öblítőfolyadékból akarjuk hatásosan a textíliára alkalmazni, egy kationos anyagot kell hozzájuk adni. A fenti vegyületek megfelelő lerakódásához ugyanis a fentiekben ismertetett és a továbbiakban ismertetésre kerülő kationos lágyítószerrel való kombinálásra van szükség. A zsírsav-részleges észterek azért előnyösek, mert biológiailag lebonthatók, és a nemionos anyag HLB-értéknek különböző úton megvalósított beállítására, például a zsírsavlánc hosszszelészésének vagy a telítés mértékének változtatására alkalmasak.

*C4. Adott esetben alkalmazott imidazolin lágyító vegyület*

A találmány szerinti szilárd készítmények adott esetben 1–30 tömeg%, előnyösen 5–20 tömeg%; és a folyékony készítmények 1–20 tömeg%, előnyösen 1–15 tömeg% olyan IX, X vagy XI általános képletű diszubsztituált-imidazolin lágyító vegyületet tartalmaznak, amelyekben

Y<sup>2</sup> jelentése azonos a fentiekben meghatározottakkal;

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül 11–21 szénatomos szénhidrogén-csoport, előnyösen 13–17 szénatomos alkilcsoport és a legelőnyösebben egyenesláncú faggyúalkilcsoport;

R jelentése 1–4 szénatomos szénhidrogén-csoport, előnyösen 1–3 szénatomos alkil-, alkenil- vagy hidroxilalkil-csoport, például metil- (a legelőnyösebb), etil-,

propil-, propenil-, hidroxi-etil-, 2,3-dihidroxi-propil-csoport;

m és n értéke egymástól függetlenül 2–4, előnyösen 2. Az  $X^-$ -ellenion lehet bármilyen lágyítószer kompatibilis anion, például klorid-, bromid-, metil-szulfát-, etil-szulfát-, formiát-, szulfát- vagy nitráts csoport.

A fentiekben ismertetett vegyületeket adott esetben DEQA premix fluidizátorként adjuk a találmány szerinti készítményhez vagy hozzáadhatjuk később a készítmények feldolgozásakor is a lágyító-, tisztító- és/vagy az antisztatikus hatás javítására. Ha a hozzáadás a DEQA premixhez történik, a premix fluidizáló szerként alkalmazott mennyiség a DEQA tömegére számolva (2:3)–(1:100), előnyösen (1:2)–(1:50).

Az I és II általános képletű vegyületeket úgy állítjuk elő, hogy egy helyettesített imidazolin-észter-vegyületet valamilyen ismert eljárással kvaternizálunk. Előnyös kvaternizációs eljárást ismertetnek a 4 954 635 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban.

A találmány szerinti készítményekben lévő diszubsztituált imidazolinvegyületek feltételezhetően biológiailag lebontható, és az alkil helyettesítő csoporton lévő észtercsoport miatt hidrolízisre érzékeny vegyületek. Ennek következtében a találmány szerinti készítményekben lévő imidazolinvegyületek bizonyos körülmények között gyűrűnyitásra érzékeny vegyületek. Ezért a vegyületek kezelésekor olyan körülményekről kell gondoskodni, hogy a fentiek bekövetkezését elkerüljük. Így például a találmány szerinti stabil folyékony készítményeket előnyösen 1,5–5,0 és még előnyösebben 1,8–3,5 pH-tartományban formáljuk. A pH beállítását Brønsted-sav hozzáadásával végezzük. A megfelelő Brønsted-savak jellemző képviselői például a szervetlen ásványi savak, karbonsavak, elsősorban az alacsony molekulatömegű, 1–5 szénatomos karbonsavak és alkil-szulfonsavak. Megfelelő szerves sav például a hangyasav, ecetsav, metilszulfonsav és etilszulfonsav. Előnyös a sósav és foszforsav. Az ilyen vegyületeket tartalmazó készítményeket ezen túlmenően a nem protonos ciklikus aminosól mentesen kell tartani.

Számos esetben előnyös az olyan háromkomponensű készítmények alkalmazása, amelyek összetétele a következő:

B) egy viszkozitás/diszperzibilitás módosító szer, például mono-hosszú láncú alkil kationos felületaktív anyag, például zsírsavkolin-észter, cetil- vagy faggyúalkil-trimetilammónium-bromid vagy klorid, egy nemionos felületaktív anyag vagy ezek elegyei;

A) egy diészter-kvaterner ammónium kationos lágyítószer, például di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid; és

C4. egy di-hosszú láncú imidazolin-észter-vegyület a DEQA egy részének helyettesítésére. A járulékosan hozzáadott di-hosszú láncú imidazolin-észter-vegyület a további lágyítóhatás és elsősorban antisztatikus hatás mellett a járulékosan hozzáadott pozitív töltések fogadó csoportjaként is szolgál, és emiatt a hagyományos mosó eljárásból az öblítőfolyadékba továbbjutó anionos felületaktív anyag semlegesítődik.

C5. Adott esetben hozzáadott, nagyon előnyös szennylazító szer

A találmány szerinti készítmények adott esetben 0–10 tömeg%, előnyösen 0,1–5 tömeg% és még előnyösebben 0,1–2 tömeg% szennylazító szer is tartalmaznak. A szennylazító szer előnyösen egy polimer. A találmány szerinti készítményekben szennylazító szerként alkalmazható polimer lehet például egy tereftalát-poli(etilén-oxid) vagy -poli(propilén-oxid) blokk kopolimer. Ezekkel a szerekkel a koncentrált folyékony készítmények stabilitása tovább növelhető. Emiatt ezek jelenléte a folyékony készítményekben még akkor is előnyös, ha nem olyan mennyiségben vannak jelen, hogy szennylazító szerként hatásosak lennének.

Az előnyös szennylazító szer egy tereftalát-poli(etilén-oxid) blokk kopolimer. Ezek a polimerek jellemzően ismétlődő etilén- és/vagy propilén-tereftalát- és poli(etilén-oxid)-tereftalát-egységeket tartalmaznak; az etilén-tereftalát:poli(etilén-oxid)-tereftalát-egységek molaránya (25:75)–(35:65) és a poli(etilén-oxid)-tereftalát poli(etilén-oxid) blokkjának molekulatömege 300–2000. A polimer szennylazító szer molekulatömege: 5000–55 000.

Egy másik előnyös polimer szennylazító szer egy olyan ismétlődő etilén-tereftalát-egységeket tartalmazó kristályosítható poliészter, amely 10–15 tömeg% etilén-tereftalát-egységet és 10–50 tömeg% 300-tól 6000-ig terjedő átlagos molekulatömegű poli(oxi-etilén)-glikolból származó poli(oxi-etilén)-tereftalát-egységet tartalmaz, és a kristályosítható polimer vegyületben az etilén-tereftalát-egységek poli(oxi-etilén)-tereftalát-egységekhez viszonyított tömegaránya (2:1)–(6:1). Ilyen polimer például a Zelcon 4780 kereskedelmi nevű termék (DuPont gyártmány) és a Milecase T kereskedelmi nevű termék (ICI gyártmány).

Nagyon előnyös polimer szennylazító szerek az olyan XII általános képletű vegyületek, amelyekben

X lehet bármilyen megfelelő fedőcsoport; és jelenléte hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkil- vagy acilcsoport, előnyösen metilcsoport;

n értéke a vízdoldékonyságtól függően általában 6–113, előnyösen 20–50; és

u értéke a viszonylag kis ionerősségű folyékony készítmények esetén kritikus, emiatt nagyon kevés 10-nél nagyobb u értékű és ezen túlmenően legalább 20 tömeg%, előnyösen legalább 40 tömeg% 3–5 u értékű anyag lehet jelen.

Az R<sup>1</sup>-csoportok lényegében 1,4-fenilén-csoportok. Ez a meghatározás olyan vegyületekre vonatkozik, amelyekben az R<sup>1</sup>-csoportok teljes egészében 1,4-fenilén-csoportokból állnak, vagy egyéb arilén- vagy alkarilén-csoportokkal, alkilén-csoportokkal vagy alkenilén-csoportokkal vagy ezek elegyeivel részlegesen helyettesítettek. Az 1,4-fenilén-csoportok részleges helyettesítésére szolgáló arilén- vagy alkarilén-csoport lehet 1,3-fenilén-, 1,2-fenilén-, 1,8-naftilén-, 1,4-naftilén-, 2,2-bifenilén- vagy 4,4-bifenilén-csoport, valamint ezek elegyei. A részleges helyettesítésre megfelelő alkilén- és alkenilén-csoport lehet etilén-, 1,2-propilén-, 1,4-butilén-, 1,5-pentilén-, 1,6-hexametilén-, 1,7-heptametilén-, 1,8-

oktametilén- vagy 1,4-ciklohexilén-csoport, valamint ezek elegyei.

Az R<sup>1</sup>-csoportok esetén az 1,4-fenilén-csoporttól eltérő helyettesítő csoporttal való helyettesítés mértéke csak akkor lehet, hogy lényegesen ne befolyásolja a vegyület szennylazító tulajdonságait. A részleges helyettesítés mértéke általában a vegyület szénvázának hosszától függ, azaz hosszabb szénváz esetén az 1,4-fenilén-csoportokkal való helyettesítés nagyobb mértékű lehet. Az olyan vegyületek, amelyekben az R<sup>1</sup> 50–100 tömeg% 1,4-fenilén-csoportot (0 tömeg%-tól 50 tömeg%-ig terjedő 1,4-fenilén-csoporttól eltérő csoportot) tartalmaz, általában megfelelő szennylazító tulajdonságokat mutatnak. A találmány szerinti eljárással előállított olyan poliészterek, amelyekben az izoftálsav (1,3-fenilén-csoport): tereftálsav (1,4-fenilén-csoport) mólaránya 40:60, megfelelő szennylazító tulajdonságokat mutatnak. A legjobb szennylazító jelleg eléréséhez azonban az 1,4-fenilén-csoporttól eltérő csoportokkal megvalósított részleges helyettesítés mértékét minimalizálni kell, mert a textilgyártáshoz használt legtöbb poliészter etilén-tereftalát-egységeket tartalmaz. Az R<sup>1</sup>-egységek előnyösen teljes egészében (azaz 100%-ban) 1,4-fenilén-csoportokat tartalmaznak, azaz minden R<sup>1</sup>-csoport 1,4-fenilén-csoport.

Az R<sup>2</sup>-csoportok jelentése etilén- vagy helyettesített etilén-csoport, azaz etilén-, 1,2-propilén-, 1,2-butilén-, 1,2-hexilén- vagy 3-metoxi-1,2-propilén-csoport, valamint ezek elegyei. Az R<sup>2</sup>-csoportok előnyösen lényegében etilén-csoportok, 1,2-propilén-csoportok, valamint ezek elegyei. Az etilén-csoportok nagyobb %-os mennyisége a vegyületek vízdoldhatóságát növeli. Emiatt a textillágyító készítmények szennylazító komponensének bármelyik lényeges részéhez kívánatos az 1,2-propilén-egységek vagy hasonlóan elágazó, ezek ekvivalens egységek társítása. Az R<sup>2</sup>-csoportok előnyösen 75–100%-a, előnyösen 90–100%-a 1,2-propilén-csoport.

Az n értéke egymástól függetlenül legalább 6, előnyösen legalább 10. Az u értéke egymástól függetlenül általában 12–113, tipikusan 12–43.

A fenti nagyon előnyös szennylazító szerek részletes ismertetését a 185427 számú európai szabadalmi iratban találjuk.

#### C6. Adott esetben alkalmazott baktérium elleni szerek

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható baktérium elleni szer lehet glutáraldehid, formaldehid, 2-bróm-2-nitro-propán-1,3-diol (Inolex Chemicals gyártmányú, Bronopol kereskedelmi nevű termék, valamint egy 5-klór-2-metil-4-izotiazolin-3-on és 2-metil-4-izotiazolin-3-on-elegy (Rohm an Haas Company gyártmányú, Kathon CG/ICP kereskedelmi nevű termék). Ezek tipikus mennyisége a készítményben 1–1000 tömeg ppm.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható oxidálásgátló szerek lehetnek például a következő termékek: propil-gallát (Eastman Chemical Products, Inc. gyártmányú, Tenox PG és Tenox S–1 kereskedelmi nevű anyag) és butilezett hidrox-toluol (UOP Process Division gyártmányú, Sustane BHT kereskedelmi nevű anyag).

#### 7. Adott esetben alkalmazott egyéb adalékanyagok

A találmány szerinti készítményekhez adott esetben társíthatunk még valamilyen szervesen viszkozitásszabályozó szert is. Ilyen vegyületeként számos ionizálható só alkalmazható. Megfelelő sók a periódusos rendszer Ia és IIa csoportjához tartozó fémek halogenidjei, például kalcium-klorid, magnézium-klorid, nátrium-klorid, kálium-bromid és lítium-klorid. Az ionizálható sók elsősorban a találmány szerinti készítmények előállításánál alkalmazott adalékanyagok keveréséhez, majd a kívánt viszkozitás eléréséhez használhatók. Az ionizálható sók mennyisége a készítmény hatóanyag-tartalmától függ, és a formáló szakember kívánságának megfelelően változtatható. A készítmény viszkozitásának beállítására alkalmazott sómennyiség a készítmény tömegére számolva tipikusan 20–10000 tömeg ppm, előnyösen 20–4000 tömeg ppm.

A találmány szerinti készítmény viszkozitásszabályozására a fentiekben ismertetett vízdoldható, ionizálható sók mellett alkilén-poliammónium-sókat is alkalmazhatunk. Ezek a szerek az öblítővízben és a textílián a mosófolyadékából származó anionos detergenssel ionpárokat alkotva tisztító hatást is kifejtenek, és növelhetik a lágyítóhatást is. A viszkozitást a szervesen elektrolitekhez viszonyítva széles hőmérséklet-tartományban, elsősorban alacsony hőmérsékleten stabilizálják.

Jellemző képviselőik az alkilén-poliammónium-sók, ezen belül az 1-lizin-monohidroklorid és az 1,5-diammónium-2-metil-pentán-dihidroklorid.

A találmány szerinti készítmények adott esetben egyéb, a hagyományos textilkezelő készítményekben szokásosan alkalmazott komponenseket, például festékeket, parfümöket, konzerválószerket, optikai fehérítőket, opálószereket, textilkondicionáló szereket, felületaktív anyagokat, stabilizátorokat, például vörös ibisz gumit és poli(etilén-glikol)-t, üledék elleni szereket, gyűrődés elleni szereket, textilkeményítő szereket, textiljelölő szereket, csiraölő szereket, gombaölő szereket, oxidálás elleni szereket, például butilezett hidrox-toluolt vagy korrózió elleni szereket is tartalmazhatnak.

A találmány szerinti eljárásban a textíliát hatásos mennyiségű, általában vizes fürdőben 10–150 ml (3,5 kg kezelendő textíliára számolva) lágyítószer hatóanyaggal (ezen belül DEQA-val) érintkeztetjük. Az alkalmazott mennyiség természetesen a felhasználó megítélésétől, a készítmény koncentrációjától, a textília típusától, valamint a kívánt lágyítóhatástól függően változik. Az öblítőfolyadék előnyösen 10–1000 tömeg ppm, előnyösen 50–500 tömeg ppm találmány szerinti DEQA-típusú textillágyító szert tartalmaz.

#### I. Szilárd textillágyító készítmények

A találmány szerinti szilárd textillágyító készítmények, a fentieknek megfelelően 50–95 tömeg%, előnyösen 60–90 tömeg% A diészter-kvaterner ammóniumvegyületet tartalmaznak. A B1 hosszú láncú alkil kationos felületaktív anyag viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként alkalmazott mennyisége a készítmény tömegére számolva 0 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig,

előnyösen 3 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig és még előnyösebben 5 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig terjed. A B2 nemionos felületaktív anyag mennyisége a készítmény tömegére számolva 5–20 tömeg%, előnyösen 8–15 tömeg%. A fenti komponensek B3 elegyének viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként alkalmazott mennyisége a készítmény tömegére számolva 3–30 tömeg%, előnyösen 5–20 tömeg%.

Egy bináris rendszer (DEQA és B2 nemionos felületaktív anyag) optimális etoxilációs száma és szénhidrogénlánc optimális hossza:  $E_{10-18}$ , illetve 10–14 szénatom.

A szilárd készítményekben a kis molekulatömegű alkoholok mennyisége kisebb, mint 4 tömeg%, előnyösen kisebb, mint 3 tömeg%. A szilárd készítmények kívánatosan annyi elektrolitot tartalmaznak, amennyit a fentiekben ismertetett koncentrált folyékony készítményeknél meghatározunk.

A granulátumok előállítását úgy végezzük, hogy olvadékat készítünk, majd ezt hűtéssel megszilárdítjuk, majd megőröljük, és a kívánt méretűre szitáljuk. A primer szemcsegranulátumok átmérője nagyon előnyösen 50–1000  $\mu\text{m}$ , előnyösen 50–200  $\mu\text{m}$ . A granulátumok kisebb és nagyobb szemcséket is tartalmazhatnak, de előnyösen 85–95 tömeg%-uk és még előnyösebben 95–100 tömeg%-uk a fenti mérettartományba esik. Az ettől eltérő mérettartományú kisebb vagy nagyobb szemcsék vízben való emulziója/diszperziója nem optimális. A primer szemcséket egyéb eljárással, például hűtve szórással is előállíthatjuk. A primer szemcséket ezután agglomerálással pormentes, nem ragadós, szabadon áramló porkészítménnyé formálhatjuk. Az agglomerálást valamilyen hagyományos agglomeráló egységben, például egy Lodige gyártmányú Zig-Zag berendezésben, egy vízdoldható kötőanyag alkalmazásával végezhetjük. A fenti agglomeráló eljárásban alkalmazható kötőanyagok jellemző képviselői például a következő anyagok: glicerin, poli(etilén-glikol)-ok, polimerek, például PVA, poliakrilátok és természetes polimerek, például cukrok.

A granulátum áramlóképeségének növelésére a granulátum felületét áramlásjavító szerrel, például agyaggal, szilícium-oxid- vagy zeolitszemcsékkel, vízdoldható szerves sókkal vagy keményítővel kezelhetjük.

A granulátum háromkomponensű elegyből, például egy nemionos felületaktív anyagot, egy egyetlen hosszú láncú kationos felületaktív anyagot és DEQA-t tartalmazó elegyből való előállítása esetén előnyösebb a nemionos felületaktív anyag és a jobban oldható egyetlen hosszú láncú alkil kationos vegyület premix formában való előkeverése az olvadt diészter-kvaterner ammónium kationos vegyülethez való elegyítése előtt.

## II. Koncentrált folyékony textillágyító készítmények

A találmány szerinti koncentrált folyékony lágyító készítmények a fentiekben ismertetetteknek megfelelően a készítmény tömegére számolva 15–50 tömeg%, előnyösen 15–35 tömeg% és még előnyösebben 15–30 tömeg% A diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyületet tartalmaznak. A B2 viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként alkalmazott nemionos felületaktív

anyag mennyisége a készítmény tömegére számolva 0 tömeg%-tól 5 tömeg%-ig, előnyösen 0,1 tömeg%-tól 5 tömeg%-ig és még előnyösebben 0,2 tömeg%-tól 3 tömeg%-ig terjed. A B1 egyetlen hosszú láncú kationos felületaktív anyag mennyisége a készítmény tömegére számolva 0 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig, előnyösen 0,5 tömeg%-tól 10 tömeg%-ig terjed. A fenti komponensek B3 elegyének viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként alkalmazott mennyisége a készítmény tömegére számolva 0,1–30 tömeg%, előnyösen 0,2–20 tömeg%.

Egy bináris rendszer (DEQA és nemionos felületaktív anyag) optimális etoxilációs száma és szénhidrogénlánc optimális hossza:  $E_{10-11}$ , illetve 16–18 szénatom; és egy ternáris rendszeré (DEQA, nemionos felületaktív anyag és adott esetben alkalmazott nemionos lágyítószer, például poliglicerín-monosztearát):  $E_{25}$ , illetve 16–18 szénatom.

## Szilárd készítményekből előállított folyékony textillágyító készítmények

A találmány szerinti I) szilárd készítmények vizes hígításával olyan híg vagy II) koncentrált folyékony lágyítószer-készítmények állíthatók elő, amelyek 5–50 tömeg%, előnyösen 5–35 tömeg% és még előnyösebben 5–30 tömeg% diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyületet tartalmaznak. A készítmény előállításánál alkalmazott víz hőmérsékletének 20 °C-tól 90 °C-ig, előnyösen 25 °C-tól 80 °C-ig terjedő tartományban kell lennie. A szilárd készítmény viszkozitás/diszperzibilitás módosító komponensekként alkalmazott egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag mennyisége a készítmény tömegére számolva 0 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig, előnyösen 3 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig és még előnyösebben 5 tömeg%-tól 15 tömeg%-ig terjed. Az 5–20 tömeg%, előnyösen 8–15 tömeg% mennyiségben alkalmazott nemionos felületaktív anyagok, valamint ezek elegyei is hatásos viszkozitás/diszperzibilitás módosító szerként szolgálnak.

Ha a granulátumot vizes koncentrátum előállítására vízzel hígítjuk az emulgeált/diszpergált szemcsék átlagos szemcsemérete tipikusan kisebb, mint 10  $\mu\text{m}$ , előnyösen kisebb, mint 2  $\mu\text{m}$  és még előnyösebben kisebb, mint 0,2–2  $\mu\text{m}$ . A leírásban alkalmazott „átlagos szemcseméret” kifejezés azt jelenti, hogy a szemcsék szám szerinti átlagos szemcsemérete, azaz több, mint 50%-ának átlagos szemcsemérete a megadott mérettartományba esik.

Az emulgeált/diszpergált szemcsék szemcseméretét például egy Malvern szemcseméret analízátorral határozzuk meg.

A szilárd anyagokból előállított folyékony készítményeknél bizonyos esetekben, a nemionos és kationos felületaktív anyagok megválasztása függvényében az is kívánatos lehet, hogy a szemcsék diszpergálására és emulgeálására valamilyen hatásos eszközt, például egy keverőt alkalmazzunk.

A folyékony készítmények előállítására alkalmazott szilárd szemcsés készítmények adott esetben tartalmazhatnak elektroliteket, parfümöt, habzágató szert, áramlásjavító szereket (például szilícium-oxidot), festé-

ket, konzerválószer és/vagy egyéb, a fentiekben ismertetett adalékanyagot.

A folyékony készítmények szilárd készítményekből való előállításának előnye a kevesebb tömeg miatt gazdaságosabban végezhető szállítás és a folyékony készítmények kevesebb energiával való előállíthatóságának lehetősége (azaz a kisebb nyíróerővel és/vagy kisebb hőmérsékleten megvalósított előállítás).

A leírásban alkalmazott %-os értékek és viszonyszámok mindegyike tömegegységre vonatkozik, kivéve ha más meghatározást adunk, és a számtartományokkal megadott határértékek értelmezése a szokásos.

A következő példákat a találmány részletesebb bemutatására ismertetjük.

### 1. példa

#### Az oldószer és kolin-észter hatása a DEQA diszperziós viszkozitására

Ebben a kísérletben olyan diszperziót állítunk elő, amely 0,012 tömeg% kalcium-kloridot, 5 tömeg% oldószert és a kiegészítő részben vizet tartalmaz. Az előállítást a következő összetevőkből végezzük:

| DEQA <sup>1</sup><br>[töm.%] | Kókuszsav-kolin-észter-klorid<br>[töm.%] | Oldószer          | Kezdeti viszkozitás<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |
|------------------------------|------------------------------------------|-------------------|---------------------------------------------------|
| 15                           | –                                        | izopropil-alkohol | gél                                               |
| 20                           | 2                                        | izopropil-alkohol | 784                                               |
| 20                           | 2                                        | etanol            | 150                                               |
| 20                           | 2                                        | metanol           | 35                                                |
| 20                           | 2                                        | nincs             | 22                                                |
| 25                           | 2,5                                      | nincs             | 55                                                |
| 30                           | 3                                        | nincs             | 200                                               |
| 20                           | –                                        | nincs             | 450                                               |

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid  
Ezek a kevés oldószert tartalmazó vagy egyáltalán nem tartalmazó készítmények a mono-hosszúlánccs kationos felületaktív anyag viszkozitására kifejtett hatását mutatják.

A következőkben ismertetésre kerülő készítmények széles tárolási hőmérséklethatárok között kiváló stabilitást mutatnak.

### 2. példa

#### Viszkozitás/hőmérséklet hatás

A készítmények előállítását a következő összetevőkből végezzük:

| Komponens                          | 1        | 2   |
|------------------------------------|----------|-----|
|                                    | [tömeg%] |     |
| DEQA <sup>1</sup>                  | 24,5     | 17  |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup> | 1,5      | 1,5 |

| Komponens                         | 1                 | 2             |
|-----------------------------------|-------------------|---------------|
|                                   | [tömeg%]          |               |
| HCl                               | 0,07              | 0,035         |
| PGMS <sup>3</sup>                 | –                 | 4             |
| szennylazító polimer <sup>4</sup> | 0,5               | 0,5           |
| CaCl <sub>2</sub>                 | 3000 töm. ppm     | 3000 töm. ppm |
| parfüm                            | 0,9               | 0,9           |
| festék (2 tömeg%-os oldat)        | 80 töm. ppm       | 80 töm. ppm   |
| víz                               | a kiegészítő rész |               |

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid az 1. készítmény esetén 10 tömeg% etanollal, a 4. készítmény esetén 15 tömeg% etanollal és a 2. és 3. készítmény esetén 15 tömeg% izopropil-alkohollal

<sup>2</sup> Az 1. és 3. készítmény esetén 16–18 szénatomos zsíralkohol-poli-*etoxilát*(11) (HLB=13) és a 2. és 4. 16–18 szénatomos zsíralkohol-poli-*etoxilát*(25)

<sup>3</sup> Poliglicerin-monosztearát, amelynek kereskedelmi neve: Radisurf 248

<sup>4</sup> Etilén-oxid és tereftalát kopolimer olyan C5. pontban ismertetett általános képletű szennylazító szerrel, amelyben X jelentése egymástól függetlenül metilcsoport, és értéke egymástól függetlenül 40, u értéke 4, R<sup>1</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében 1,4-fenilencsoport, és R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében etilén- vagy 1,2-propilencsoport, valamint ezek elegyei.

Táblázat folytatása:

| Komponens                          | 3                 | 4           |
|------------------------------------|-------------------|-------------|
|                                    | [tömeg%]          |             |
| DEQA <sup>1</sup>                  | 17                | 24,5        |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup> | 2,0               | 1,5         |
| HCl (13–25 tömeg%-os oldat)        | 0,035             | 0,04        |
| PGMS <sup>3</sup>                  | 4                 | 2           |
| szennylazító polimer <sup>4</sup>  | 0,5               | 0,33        |
| CaCl <sub>2</sub>                  | 3000 töm. ppm     | –           |
| parfüm                             | 0,9               | 0,9         |
| festék (2 tömeg%-os oldat)         | 80 töm. ppm       | 80 töm. ppm |
| L-lizin-monohidroklorid            | –                 | 0,5         |
| víz                                | a kiegészítő rész |             |

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid az 1. készítmény esetén 10 tömeg% etanollal, a 4. készítmény esetén 15 tömeg% etanollal és a 2. és 3. példa esetén 15 tömeg% izopropil-alkohollal.

- 2 Az 1. és 3. készítmény esetén 16–18 szénatomos zsíralkohol-polietoxilát(11) (HLB=13) és a 2. és 4. 16–18 szénatomos zsíralkohol-polietoxilát(25)
- 3 Poliglicerín-monosztearát, amelynek kereskedelmi neve: Radisurf 248
- 4 Etilén-oxid és tereftalát kopolimer olyan C5. pontban ismertetett általános képletű szennylazító szerrel, amelyben X jelentése egymástól függetlenül metilcsoport, és értéke egymástól függetlenül 40, u értéke 4, R<sup>1</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében 1,4-fenilén-csoport, és R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében etilén- vagy 1,2-propilén-csoport, valamint ezek elegyei.

Táblázat folytatása:

| Komponens                             | 5                 | 6    | 7    |
|---------------------------------------|-------------------|------|------|
|                                       | [tömeg%]          |      |      |
| DEQA <sup>1</sup>                     | 24,5              | 24,5 | 24,5 |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup>    | 1,5               | –    | 1,5  |
| faggyú CE <sup>3</sup>                | –                 | 2,50 | –    |
| PGMS <sup>4</sup>                     | 2,0               | –    | 2,0  |
| HCl (13–25 tömeg%-os oldat)           | 0,04              | 0,04 | 0,04 |
| szennylazító polimer <sup>5</sup>     | 0,33              | 0,50 | 0,33 |
| CaCl <sub>2</sub>                     | 0,40              | 0,30 | –    |
| DAS <sup>6</sup>                      | –                 | –    | 0,5  |
| parfüm                                | 0,90              | 0,90 | 0,90 |
| festék (2 tömeg%-os oldat) [töm. ppm] | 80                | 80   | 80   |
| víz                                   | a kiegészítő rész |      |      |

- 1 Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid az 5. és 7. készítmény esetén 15 tömeg% etanollal, a 6. készítmény esetén 10 tömeg% etanollal
- 2 A 7. készítmény esetén 16–18 szénatomos zsíralkohol-polietoxilát(11) és az 5. 16–18 szénatomos zsíralkohol-polietoxilát(25)
- 3 Faggyú-kolin-észter a 6. készítmény esetén 15 tömeg% izopropil-alkohollal
- 4 Poliglicerín-monosztearát, amelynek kereskedelmi neve: Radisurf 7248
- 6 Diammoniumsó: 1,5-diamino-2-metil-pentán-dihidroklorid

*Az 1–3. készítmények előállítása*

Egy 1500 g-os adag előállítása esetén úgy járunk el, hogy a 194–203 °C-os diészter-kvaterner ammóniumvegyülethez hozzáadjuk az 50 °C-os etoxilált zsíralkoholt, és az elegyet néhány percig keverjük. Ezt a premixet 10 perc alatt egy 70–72 °C-os sósavat tartalmazó vízbe injektáljuk. Az adag hőmérsékletét az injekciós feldolgozás alatt állandó hőmérsékleten tartjuk. A premix injektálás kezdetén alkalmazott 600 perc/fordulat keverési sebességet 6 perc alatt a maximumra (1800 fordulat/perc) növeljük. A premix 1/3-ának beinjektálása után hozzáadjuk a festéket. A ter-

mék 7 perc alatt megszilárdul. Az összes premix beinjektálása után 10 perc alatt lassan beinjektáljuk a kalcium-kloridot. A habképződés csökkentéséhez a keverés sebességét 1000 fordulat/percre csökkentjük. A viszkozitás a feldolgozás után 0,050 Pa.s. Állandó keverés közben hozzáadjuk a parfümöt és a szennylazító polimert. A viszkozitás 0,010 Pa.s-ra nő (75 °C). Az elegyet gyorsan 25 °C-ra hűtjük. A 2. és 3. készítmények esetén hozzáadjuk a PGMS-t és a DEQA-t. A végtermék viszkozitása 21 °C-on 0,04–0,07, és pH-ja 3,5–3,6.

*A 4., 5. és 7. készítmények előállítása*

Egy 1000 g-os adag előállításánál úgy járunk el, hogy először a savat 70–72 °C-os vízbe öntjük. Előkeverjük 80–85 °C-on a DEQA-t, az etoxilált zsírsavat és a PGMS-t. Ezt az elegyet 6,5 perc alatt előkeverjük a sav/víz keveréssel, miközben a keverés sebességét a kezdeti 600 fordulat/percről az injektálás végére 1800 fordulat/percre növeljük. Az injektálás megkezdése után 2,5 perccel hozzáadjuk a festéket. Az elegybe premix injektálás befejezése után szivattyúval beadjuk a lizint 15 perc alatt. A viszkozitásnak ekkor 0,070–0,080 Pa.s-nak kell lennie. Az elegyhez a vízpárolgás kompenzálására 30–40 g vizet adunk, majd 1 perc alatt hozzáadjuk a parfümöt. Ekkor a viszkozitás 0,080–0,090 Pa.s. Az elegyhez 1 perc alatt hozzáadjuk a szennylazító polimert. Ekkor a viszkozitás 0,070–0,080 Pa.s. Az elegyet hűtőközgéppel 6 perc alatt 20–25 °C-ra hűtjük. Ekkor a viszkozitás 0,045–0,055 Pa.s.

*A 6. készítmény előállítása*

Egy 1500 g-os adag előállításánál úgy járunk el, hogy a sósavat és a faggyú-kolin-észter-kloridot 70–72 °C-os vízbe öntjük. A DEQA-t 90–95 °C-ra előmelegítjük, és 10 perc alatt a vízbe injektáljuk. Az injektálás ideje alatt a keverés sebességét 6 perc múlva 600 fordulat/percről 1800 fordulat/percre növeljük. A premix 1/3-ának beinjektálása után hozzáadjuk a festéket. Az összes premix beinjektálása után 1 perc alatt lassan beinjektáljuk a kalcium-kloridot. A habképződés csökkentéséhez a keverés sebességét 1800 fordulat/percről 600 fordulat/percre csökkentjük. A viszkozitás a feldolgozás után 0,050 Pa.s. Állandó keverés közben hozzáadjuk a parfümöt és a szennylazító polimert. A viszkozitás ekkor 0,040–0,045 Pa.s. Állandó keverés mellett lassan hozzáadjuk a parfümöt és a szennylazító polimert. A viszkozitás ekkor 0,015 Pa.s-ra nő. Az elegyet 6 perc alatt 25 °C-ra hűtjük. A végtermék viszkozitása 0,075–0,085.

*Az 1. készítmény tárolási profilja*  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (38 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 52   | 41    | 32    | 31    |
| 2 nap múlva                    | 73   | 50    | 31    | 31    |
| 5 nap múlva                    | 155  | 48    | 29    | 31    |

A 2. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (26 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 29   | –     | 22    | 22    |
| 6 nap múlva                    | 33   | –     | 21    | 21    |
| 9 nap múlva                    | 37   | –     | 22    | 19    |

A 3. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (37 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 3 nap múlva                    | 201  | –     | 38    | 27    |
| 7 nap múlva                    | 361  | –     | 42    | 28    |

A 4. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C | 50 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|-------|
| Friss (51 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 69   | 45    | 36    | 40    | 42    |
| 7 nap múlva                    | 120  | 48    | 35    | 44    | 57    |

Az 5. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (56 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 135  | 116   | 59    | 62    |
| 2 nap múlva                    | 170  | 116   | 65    | 70    |
| 3 nap múlva                    | 198  | 123   | 70    | 65    |
| 6 nap múlva                    | 940  | 132   | 72    | 64    |

A 6. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 21 °C | 35 °C | 50 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (81 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 225  | 80    | 73    | 42    |
| 8 nap múlva                    | 2500 | 70    | 60    | 36    |

A 7. készítmény tárolási profilja  
[Pa.s × 10<sup>-3</sup>]

|                                | 4 °C | 10 °C | 21 °C | 35 °C |
|--------------------------------|------|-------|-------|-------|
| Friss (37 × 10 <sup>-3</sup> ) |      |       |       |       |
| 1 nap múlva                    | 95   | 55    | 38    | 40    |
| 2 nap múlva                    | 125  | 67    | 42    | 40    |
| 4 nap múlva                    | 185  | 82    | 40    | 40    |
| 7 nap múlva                    | 325  | 75    | 40    | 36    |

### 3. példa

A 2. példában használt 1 számú komponenst különböző etoxilált zsíralkoholokkal helyettesítjük. A leírás-

ban ismertetett „C<sub>n</sub>E<sub>m</sub>” jelölés olyan etoxilált zsíralkoholokra vonatkozik, amelyekben a zsíralkohol n szénatomos, és a molekula átlag m etoxicsoportot tartalmaz. A kapott eredményeket a következő táblázatban foglaljuk össze (HLB: hidrofil-lipofil egyensúly):

|    | Etoxilált zsíralkohol                 | [tömeg%] | HLB | Viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |
|----|---------------------------------------|----------|-----|----------------------------------------|
| 5  | a) C <sub>13</sub> E <sub>3</sub>     | 1,5      | 8   | 70                                     |
| 10 | b) C <sub>13</sub> E <sub>8</sub>     | 1,5      | 13  | 6000                                   |
|    | c) C <sub>16-18</sub> E <sub>50</sub> | 1,5      | 18  | 72                                     |
|    | d) C <sub>16-18</sub> E <sub>11</sub> | 1,5      | 13  | 46                                     |
| 15 | e) C <sub>13-15</sub> E <sub>11</sub> | 1,5      | 14  | 460                                    |
|    | f) C <sub>10</sub> E <sub>7</sub>     | 1,5      | 13  | gél                                    |
|    | g) Emulan OU                          | 1,5      | 17  | 900                                    |

A készítmények jelzett hőmérsékleten megvalósított egy-napos tárolása után a következő eredményeket kapjuk:

|    | 4 °C                       | 21 °C |
|----|----------------------------|-------|
|    | [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |       |
| 20 |                            |       |
| 25 | a) gél                     | gél   |
|    | b) gél                     | gél   |
|    | c) 8000                    | 120   |
| 30 | d) 125                     | 57    |
|    | e) gél                     | gél   |
|    | f) gél                     | gél   |
|    | g) gél                     | gél   |

35 A C<sub>16-18</sub>E<sub>11</sub> megfelelően széles hőmérséklet-tartományban stabil.

### 4. példa

40 A 2. példában használt 1 számú komponenst különböző mennyiségű C<sub>16-18</sub>E<sub>11</sub> etoxilált zsíralkollal helyettesítjük. A kapott eredményeket a következő táblázatban foglaljuk össze:

|    | Etoxilált zsíralkohol                 | [tömeg%] | HLB | Friss viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |
|----|---------------------------------------|----------|-----|----------------------------------------------|
| 45 | a) C <sub>16-18</sub> E <sub>11</sub> | 2,5      | 13  | 90                                           |
|    | b) C <sub>16-18</sub> E <sub>11</sub> | 1,0      | 13  | 45                                           |
|    | c) C <sub>16-18</sub> E <sub>11</sub> | 1,5      | 13  | 46                                           |

50 A készítmények jelzett hőmérsékleten megvalósított egy-napos tárolása után a következő eredményeket kapjuk:

|    | 4 °C                       | 21 °C |
|----|----------------------------|-------|
|    | [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |       |
| 55 |                            |       |
|    | a) 500                     | 140   |
|    | b) 190                     | 49    |
| 60 | c) 125                     | 57    |



A fentiekben ismertetett eredményekből látható az alacsonyabb kezdeti viszkozitásértéket és javított viszkozitástabilitást mutató etoxilált zsíralkohol-koncentráció.

#### 5. példa

A lényegében lineáris monoészter hatása

Ebben a kísérletben az előállítást a következő összetevőkből végezzük:

| Komponens                  | 1                 | 3     | 4     |
|----------------------------|-------------------|-------|-------|
|                            | [tömeg%]          |       |       |
| DEQA <sup>1</sup>          | 25                | 23,1  | 21,2s |
| metil-talovát              | 0,38              | 2,2   | 4,1   |
| kókusz-kolin-észter-klorid | 2,5               | 2,5   | 2,5   |
| kalcium-klorid             | 0,375             | 0,375 | 0,375 |
| víz                        | a kiegészítő rész |       |       |

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid

| Kezdeti viszkozitás szobahőmérsékleten: |    |     |     |
|-----------------------------------------|----|-----|-----|
| [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]              | 54 | 110 | 154 |
|                                         |    |     |     |

A 4,4 °C-on megvalósított tárolás után mutatott eredmények:

1. készítmény: 2 napon belül gélesedés;
2. készítmény: a viszkozitás: 1 hét után: 0,52 Pa.s; 3,5 hét után: 0,528 Pa.s;
3. készítmény: 1 hét után: 1,9 Pa.s; és 3,5 hét után: 1,41 Pa.s.

A fentiekben ismertetett adatok azt mutatják, hogy a lényegében lineáris zsírsav-monoészterek egy csoportja alacsony hőmérsékleten viszkozitáscsökkentő hatású; azonban a 4 tömeg% vagy efeletti koncentrációkban az ilyen zsírsav-monoészterekkel elérhető legjobb eredményekhez képest a viszkozitás növekedhet.

*A készítmények előállítása:*

1. Egy bór-szilikát csavaros fedéllel lezárt Waring-cella DEQA-t és adott esetben metil-tallovát adunk. A cellát lezárjuk, és egy 90 °C-os fürdőbe tesszük.
2. Vizet forrásig melegítünk, majd egy csavaros fedelű lombikba bemérjük. A kókusz-kolin-észter-kloridot feloldjuk a meleg vízben, és így tiszta folyadékot kapunk. Ezt az oldatot 90 °C-os vízfürdőben tartjuk addig, míg a DEQA/metil-tallováteleg meleg. (Megjegyzés: A kalcium-klorid utólagos beadagolásához valamennyi vizet a lyukban hagyunk.)
3. A meleg kolin-észter-oldatot egy nagy nyíróerejű keverővel (Waring-keverő) a DEQA-elegyhez keverjük. A víz teljes mennyiségének hozzáadása után a keverő sebességét a maximálisra növeljük. A kapott gél az alapos keverés elősegítésére időnként spatulával megkeverjük. A meleg elegyhez a keveredés elősegítésére fél gramm 25 tömeg%-os kalcium-klorid-törzsoldatot adunk. A keverés befejezése után a Waring-lombikot

lezárjuk, és tartalmát folyó csapvízzel (20 °C) szobahőmérsékletre hűtjük.

4. A kapott folyékony terméket nagy nyíróerejű keverővel (Tekmar T-25 kereskedelmi nevű készülék) keverjük az összes csomó diszpergalásáig. A kapott folyadékot újra szobahőmérsékletre hűtjük, és egy üvegsaváros lombikba öntjük. A lyuk fennmaradó részét 25 tömeg%-os kalcium-klorid-oldattal töltjük úgy, hogy a kalcium-klorid összes koncentrációja 0,375 tömeg% legyen. Ekkor meghatározzuk a vízvesztéséget (a tömegvesztéséget vízvesztéségnak tekintjük, és a terméket 100 tömegrészre kiegészítjük). A viszkozitásmérést egy Brookfield Model DVII viszkoziméterrel mérjük úgy, hogy 60 fordulat/perc sebességnél 2 perdetület állítunk be.

#### 6. példa

*A DEQA „monoészter”-tartalmának hatása*

Ebben a kísérletben a készítmények előállítását a következő összetevőkből végezzük:

| Komponens                     | 1               | 2    | 3    | 4    |
|-------------------------------|-----------------|------|------|------|
|                               | [tömeg%]        |      |      |      |
| DEQA <sup>1</sup>             | 25              | 25   | 25   | 25   |
| diészter                      | 24,6            | 24,2 | 22,3 | 20,8 |
| monoészter                    | 0,4             | 0,75 | 1,9  | 3,0  |
| metil-tallovát a végtermékben | 2,1             | 2,2  | 2,0  | 2,0  |
| kókusz-kolin-észter-klorid    | 2,5             | 2,5  | 2,5  | 2,5  |
| etanol                        | 3,0             | 2,8  | 2,5  | 3,0  |
| kalcium-klorid                | 0,2             | 0,3  | 0,3  | 0,5  |
| víz                           | kiegészítő rész |      |      |      |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid

A viszkozitásvékedés 1 hét tárolás után szobahőmérsékleten

| [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]: | 2 | 12 | 80 | 275 |
|-----------------------------|---|----|----|-----|
|                             |   |    |    |     |

A fenti adatok azt mutatják, hogy a kolin-észter-tartalmú készítmények esetén kívánatos a DEQA monoésztertartalom minimalizálása.

*A készítmények előállítása:*

1. Lemérünk a számolt mennyiséghez viszonyítva 8 tömeg% feleslegben lévő DEQA-t és metil-tallovát. Az anyagokat egy főzőpohárban vagy lombikban elegyítjük, és a szilárd anyagokat jól összekeverjük. A letakart anyagot egy 80–85 °C-ra beállított kemencében megolvastjuk. Az olvasztást az adag méretétől függően 2–4 órán át végezzük. A feleslegben lévő anyagokkal az előállítás során előforduló veszteségeket pótoljuk.
2. Egy külön főzőpohárban desztillált vízben mágneses keverő segítségével feloldjuk a kókusz-kolin-észtert. Az oldat pH-ját 1 M sósavoldattal 2,3-ra állítjuk be. A főzőpoharat fóliával letakarjuk, és egy elektronikus vízfürdőben 73 °C-ra melegítjük fel. A párolgási veszteséget 100 g termékre számolva 5 g vízzel pótoljuk.

3. Elszívófülkében állítsuk össze a következő készüléket: megfelelő méretű turbinakéssel felszerelt keverőberendezés, fürdő céljára szolgáló tálak, jeges vizes fürdő. A készüléket a legnagyobb vízfürdővel tegyük egy rezsóra, és melegítsük fel 71 °C-ra, és a másik fürdő hőmérsékletét állítsuk be 82 °C-ra.

4. Mérjük ki a kalcium-kloridot.

5. Ellenőrizzük a kemencében lévő premixet, és szükség esetén még a meleg vízfürdőben kézzel vagy mágneses keverővel keverjük meg.

6. A vizes elegyet tartalmazó főzőpohárról távolítsuk el a fóliát, és 250 fordulat/perc sebességgel indítsuk el a keverőt. A vizes elegybe keverés közben lassan, de folyamatosan azonnal kezdjük el a premix beleöntését, és a sebességet szükség szerint állítsuk be. A gondos feldolgozás közben a keverő sebességének növelésével és csökkentésével az elegyet 1200 fordulat/perc sebességnél homogenizáljuk. Próbáljuk meg a premix legnagyobb részét eltávolítani, és a főzőpoharat az áttett tömeg meghatározására mérjük le.

7. Folytassuk a keverést, és az összes elektrolitoldat felét adjuk az elegyhez. A homogenizálás érdekében a keverést még 4 percig folytatjuk.

8. A keverőt leállítjuk, felemeljük a keverő főzőpoharat, félretoljuk a rezsót, és egy állványon lévő jeges vízfürdőbe tesszük. A jégfürdőben folytatjuk a keverést, a hőmérsékletet figyeljük, és a sebességet szükség szerint lecsökkentjük. Az elegy hőmérsékletének 1–2 perc alatt 43–46 °C-ra kell csökkennie. Ekkor hozzáadjuk az elektrolitoldat másik felét, és így drasztikusan felhígítjuk a terméket. A keverést további 3–4 percig folytatjuk, ekkor a hőmérsékletnek el kell érnie a szobahőmérsékletet.

9. A keverőt leállítjuk, a terméket eltávolítjuk és lemérjük. Megmérjük a tiszta termék és egy 4 tömeg% terméket tartalmazó termék pH-ját. A késztermék és a ténylegesen alkalmazott premix tömegére számolva kiszámítjuk a DEQA-koncentrációt.

10. Egy Brookfield DVII viszkoziméterrel, 60 fordulat/perc sebességgel, 2-es perdülettel megmérjük a termék viszkozitását úgy, hogy a levegő legnagyobb részének eltávolítására 1 órát várunk.

### 7. példa

#### Viszkozitásstabilitás

Ebben a kísérletben az előállítást a következő összetevőkből végezzük:

| Komponens                  | 1        | 2    | 3    |
|----------------------------|----------|------|------|
|                            | [tömeg%] |      |      |
| DEQA <sup>1</sup>          | 25       | 25   | 25   |
| diészter                   | 23,5     | 23,5 | 23,5 |
| monoészter                 | 0,83     | 0,83 | 0,83 |
| metil-tallovát             | 0,3      | 0,3  | 0,3  |
| kókusz-kolin-észter-klorid | –        | –    | 2,5  |
| etanol                     | –        | 2,8  | –    |

| Komponens        | 1               | 2     | 3     |
|------------------|-----------------|-------|-------|
|                  | [tömeg%]        |       |       |
| 5 kalcium-klorid | 0,375           | 0,375 | 0,375 |
| víz              | kiegészítő rész |       |       |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid

Táblázat folytatása:

| Komponens                     | 4               | 5     | 6     |
|-------------------------------|-----------------|-------|-------|
|                               | [tömeg%]        |       |       |
| 10 DEQA <sup>1</sup>          | 25              | 23    | 23    |
| 15 diészter                   | 23,5            | 21,7  | 21,7  |
| monoészter                    | 0,83            | 0,76  | 0,76  |
| metil-tallovát                | 0,3             | 2,3   | 2,3   |
| 20 kókusz-kolin-észter-klorid | 2,5             | 2,5   | 2,5   |
| etanol                        | 2,8             | –     | 2,8   |
| kalcium-klorid                | 0,375           | 0,375 | 0,375 |
| 25 víz                        | kiegészítő rész |       |       |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid

A készítmények előállítása:

1. Egy bór-szilikát csavaros fedéllel ellátott Waring-cel-lába beletesszük a DEQA-t és a metil-tallovát. A cellát lezárjuk, és egy 90 °C hőmérséketű fürdőbe tesszük.

2. Egy csavaros fedéllel ellátott lombikba forrásig melegített vizet mérünk, és a forró vízben feloldjuk a kókusz-kolin-észter-kloridot, és így tiszta oldatot kapunk. Ezt az oldatot a 90 °C-os fürdőben tartjuk addig, míg a DEQA/metil-tallovátelegy meleg. (Megjegyzés: A kalcium-klorid utólagos hozzáadásához valamennyi vizet a lyukban hagyunk.)

3. A meleg kolin-észter-oldatot egy nagy nyíróerejű keverővel (Waring-keverő) a DEQA-elegyhez keverjük.

40 A víz teljes mennyiségének hozzáadása után a keverő sebességét a maximálisra növeljük. A kapott gélrt az alapos keverés elősegítésére időnként spatulával megkeverjük. A meleg elegyhez a keveredés elősegítésére fél gramm 25 tömeg%-os kalcium-klorid-törzsoldatot adunk. A keverés befejezése után a Waring-lombikot lezárjuk, és tartalmát folyó csapvízzel (20 °C) szobahőmérsékletre hűtjük.

4. A kapott folyékony terméket nagy nyíróerejű keverővel (Tekmar T-25 kereskedelmi nevű készülék) keverjük az összes csomó diszpergálásáig. A kapott folyadékot újra szobahőmérsékletre hűtjük, és egy üvegcsavaros lombikba öntjük. A lyuk fennmaradó részét 25 tömeg%-os kalcium-klorid-oldattal töltjük úgy, hogy a kalcium-klorid összes koncentrációja 0,375 tömeg% legyen. Ekkor meghatározzuk a vízvesztés (a tömegvesztés vizvesztésnek tekintjük, és a terméket 100 tömegrészre kiegészítjük). A viszkozitásmérést egy Brookfield Model DVII viszkoziméterrel mérjük úgy, hogy 60 fordulat/perc sebességnél 2 perdületet állítunk be.

| A készítmények tárolása ciklusonként, napokban |    |    |    |    |    |    |
|------------------------------------------------|----|----|----|----|----|----|
| Készítmény                                     | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  |
| Ciklus:                                        |    |    |    |    |    |    |
| 1                                              | *  | *  | 6  | 6  | 6  | 6  |
| 2                                              | 2  | 2  | 8  | 8  | 8  | 8  |
| 3                                              | 4  | 4  | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 4                                              | 7  | 7  | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 5                                              | 9  | 9  | 15 | 15 | 15 | 15 |
| 6                                              | 11 | 11 | 17 | 17 | 17 | 17 |
| 7                                              | 15 | 15 | 21 | 21 | 21 | 21 |
| 8                                              | 17 | 17 | 23 | 23 | 23 | 23 |

\* A terméket 3 nappal a 2. ciklus előtt állítottuk elő.

| Az összetétel hatása a viszkozításra<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |     |      |      |     |      |     |
|--------------------------------------------------------------------|-----|------|------|-----|------|-----|
| Készítmény                                                         | 1   | 2    | 3    | 4   | 5    | 6   |
| Kézdeti                                                            | 112 | 434  | 32,1 | 265 | 160  | 172 |
| Ciklus:                                                            |     |      |      |     |      |     |
| 1 (21 °C)                                                          | 118 | 696  | 36,1 | 237 | 90,2 | 130 |
| 2 (21 °C)                                                          | 124 | 837  | 40,1 | 260 | 90,2 | 130 |
| 3 (21 °C)                                                          | 130 | 925  | 36,1 | 249 | 90,2 | 130 |
| 4 (21 °C)                                                          | 132 | 885  | 40,1 | 237 | 94,2 | 132 |
| 5 (21 °C)                                                          | 146 | 1030 | 44,1 | 252 | 98,2 | 134 |
| 6 (21 °C)                                                          | 144 | 1100 | 48,1 | 252 | 100  | 136 |
| 7 (21 °C)                                                          | 146 | 1240 | 45,9 | 244 | 102  | 144 |
| 8 (21 °C)                                                          | 146 | 1060 | 50,1 | 260 | 102  | 144 |
| 1 (38 °C)                                                          |     |      | 38,1 | 588 | 174  | 409 |
| 2 (38 °C)                                                          | 146 | krém | 36,1 | 496 | 195  | 450 |
| 3 (38 °C)                                                          | 185 | krém | 36,1 | 673 | 214  | 480 |
| 4 (38 °C)                                                          | 195 | krém | 34,1 | 591 | 244  | 466 |
| 5 (38 °C)                                                          | 207 | krém | 34,1 | 451 | 262  | 451 |
| 6 (38 °C)                                                          | 244 | krém | 34,1 | 508 | 279  | 438 |
| 7 (38 °C)                                                          | 306 | krém | 34,1 | 525 | 306  | 400 |
| 8 (38 °C)                                                          | 314 | krém | 35   | 480 | 306  | 364 |

Egy ciklus a termék napokban kifejezett, jelzett hőmérsékleten való tárolását, majd szobahőmérsékletre történő egyensúlyba hozását és a viszkozitásmérést foglalja magába. A ciklusok ideje azonos a fenti táblázatban ismertetettel.

A fenti eredmények azt mutatják, hogy az alacsony molekulatömegű szerves oldószerek, például etanol a készítmény viszkozitására negatív, viszkozitásnövelő hatást fejtenek ki.

A monoalkil-kationos felületaktív anyag és a lényegében lineáris zsírsav-észterek a valamilyen mértékben pozitív, viszkozitáscsökkentő és stabilizáló hatású.

### 8. példa

Folyékony készítmények formálása szilárd szemcsés készítményekből víz hozzáadásával

A készítményeket a következő összetevőkből állítjuk elő:

| Komponens                                                                 | 1        | 2    | 3    |
|---------------------------------------------------------------------------|----------|------|------|
|                                                                           | [tömeg%] |      |      |
| DEQA <sup>1</sup>                                                         | 8,1      | 7,74 | 6,00 |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup>                                        | 0,5      | 0,86 | –    |
| PGMS <sup>3</sup>                                                         | –        | –    | 1,74 |
| kókuszkolin-észter-klorid                                                 | –        | –    | 0,86 |
| kisebbségi mennyiségben alkalmazott egyéb adalékanyag (parfüm, habzágató) | 0,35     | 0,35 | 0,35 |
| viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]                                    | 800      | 320  | 7    |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid

<sup>2</sup> 1. és 2. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

4. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>11</sub>;

5. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

6. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>50</sub>; és

7. készítmény: C<sub>10</sub>, E<sub>11</sub>.

<sup>3</sup> Radisurf 7248 kereskedelmi nevű poliglicerinnosztearát.

Táblázat folytatása:

| Komponens                              | 4        | 5   | 6   |
|----------------------------------------|----------|-----|-----|
|                                        | [tömeg%] |     |     |
| DEQA <sup>1</sup>                      | 7,6      | 7,6 | 7,6 |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup>     | 1        | 1   | 1   |
| viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] | 350      | 322 | 125 |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid

<sup>2</sup> 1. és 2. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

4. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>11</sub>;

5. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

6. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>50</sub>; és

7. készítmény: C<sub>10</sub>, E<sub>11</sub>.

Táblázat folytatása:

| Komponens                          | 7        | 8   | 9    |
|------------------------------------|----------|-----|------|
|                                    | [tömeg%] |     |      |
| DEQA <sup>1</sup>                  | 7,6      | 8,1 | 23,5 |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup> | 1        | –   | –    |
| PGMS <sup>3</sup>                  |          |     |      |
| kókuszkolin-észter-klorid          | –        | 0,5 | 2,5  |

| Komponens                                                             | 7        | 8    | 9    |
|-----------------------------------------------------------------------|----------|------|------|
|                                                                       | [tömeg%] |      |      |
| kisebb mennyiségben alkalmazott egyéb adalékanyag (parfüm, habzágató) | –        | 0,35 | 1,35 |
| elektrolit                                                            | –        | –    | 1,5  |
| viszkózitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]                                | 35       | 35   | 150  |

<sup>1</sup> Di(faggyú-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid

<sup>2</sup> 1. és 2. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

5. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>18</sub>;

6. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>50</sub>.

<sup>3</sup> Radisurf 7248 kereskedelmi nevű poliglicerimonosztearát

A fenti folyékony készítményeket a 100 tömeg%-ra számolva azonos hatóanyag-tartalmú, megfelelő szilárd készítményekből állítjuk elő a következőkben ismertetésre kerülő eljárással. Ez azt mutatja, hogy a találmány szerinti szilárd szemcsés készítmények egyszerű meleg víz hozzáadással és enyhe keveréssel (például manuális rázással) hatékonyan diszpergálhatók. Nagyobb hőmérsékleten és/vagy hatásos keveréssel, például nagy nyíróerejű keveréssel vagy őrléssel az eredmények tovább javulnak. Azonban még enyhe körülmények között is elfogadható vizes készítmények állíthatók elő.

*A készítmények előállítása:*

Az olvadt DEQA-t összekeverjük olvadt etoxilált zsíralkohollal vagy olvadt kókusz-kolin-észter-kloriddal. A 3. készítmény esetében olvadt PGMS-t is adunk az elegyhez. Az elegyet lehűtjük, és fémlemeze öntve megszilárdítjuk, majd megőröljük. Az oldószer egy Rotavapor kereskedelmi készülékben elpárologtatjuk (2 óra alatt, 40–50 °C-on, maximális vákuumban). A kapott port megőröljük, és lesztáljuk. A por továbbfeldolgozását a következőképpen végezzük:

A szilárd hatóanyag (DEQA és etoxilált zsíralkohol) összesen 8,6 tömeg%. Csapvizet 35 °C-ra melegítünk. A vízhez habzágatót szert adunk. A hatóanyagport összekeverjük a parfümporral. Ezt a keveréket folyamatos keverés közben a vízbe szórjuk (a keverés sebességét 10 perc alatt 2000 fordulat/percre növeljük. A kapott terméket a tárolás előtt hűtőkígyóval lehűtjük. A friss terméket palackba tesszük, és hagyjuk lehűlni.

### 9. példa

*Koncentrált folyékony lágyító/antisztatikus készítmények*

| Komponens                          | 1        | 2    | 3    |
|------------------------------------|----------|------|------|
|                                    | [tömeg%] |      |      |
| DEQA <sup>1</sup>                  | 21,4     | 21   | 18   |
| etoxilált zsíralkohol <sup>2</sup> | 1,0      | 1,5  | 1,5  |
| HCl                                | 0,036    | 0,08 | 0,14 |

| Komponens                                  | 1                 | 2        | 3        |
|--------------------------------------------|-------------------|----------|----------|
|                                            | [tömeg%]          |          |          |
| 5 szennylazító poli-<br>mer <sup>3</sup>   | 0,75              | 0,5      | 0,5      |
| CaCl <sub>2</sub>                          | 3,0%              | 4500 ppm | 4500 ppm |
| parfüm                                     | 1,2               | 1,2      | 1,2      |
| 10 festék                                  | 0,006             | –        | –        |
| konzerválószer <sup>4</sup>                | 0,02              | –        | –        |
| habzágató szer <sup>5</sup>                | 0,04              | –        | –        |
| szilikon <sup>6</sup>                      | 0,19              | –        | –        |
| 15 imidazolin-észter <sup>7</sup>          | 5,2               | 1,0      | 2,0      |
| MTTMAC <sup>8</sup>                        | –                 | 1,2      | 1,2      |
| citromsav                                  |                   | 0,12     | –        |
| víz 0                                      | a kiegészítő rész |          |          |
| 20 Viszkózitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]: |                   |          |          |
| kezdeti (21 °C):                           | 113               | 88       | 49       |
| őregített (21 °C):                         | 140               | 85       | 88       |
| 25 napról/napra:                           | 1                 | 7        | 30       |

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammonium-klorid

<sup>2</sup> 1. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>50</sub>;

2. és 3. készítmény: C<sub>16-18</sub>, E<sub>10</sub>.

<sup>3</sup> Etilén-oxid és tereftalát kopolimer olyan C5. pontban ismertetett általános képletű szennylazító szerrel, amelyben X jelentése egymástól függetlenül metilcsoport, és n értéke egymástól függetlenül 40, u értéke 4, R<sup>1</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében 1,4-fenilcsoport, és R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül lényegében etilén- vagy 1,2-propilcsoport, valamint ezek elegyei.

<sup>4</sup> Kathon (1,5 tömeg%)

<sup>5</sup> Dow Corning gyártmányú, 2210 típusú habzágató szer

<sup>6</sup> Dow Corning gyártmányú, DC-200 kereskedelmi nevű szilikon, amelynek viszkozitása 0,001 Pa.s

<sup>7</sup> Difaggyúalkil-imidazolin-észter

<sup>8</sup> Monofaggyútrimetil-ammonium-klorid

Az 1. készítmény pH=2,78-nál kiváló statisztikus tulajdonságokat mutat. A fentiekben ismertetett 2. és 3. példa készítményeket a hagyományos mosógépek öblítő ciklusának utolsó öblítési szakaszában adjuk az öblítővízhez. Az öblítővízhez adott mennyiség általában 10–150 ml (3,5 kg kezelendő textiliára számolva), és az öblítővíz hőmérséklete 21 °C vagy ettől kisebb. A 2. és 3. készítmények lágyító hatása és viszkozitásstabilitása kiváló.

*Az 1. készítmény előállítása:*

114 °C-on összekeverünk DEQA-t, etoxilált zsíralkoholt, szennylazító szert és imidazolin-észtert. Vizes közeghez sósavat és citromsavat adunk, és 91 °C-ra melegítjük. A meleg vizes közegbe 6 perc alatt, erőteljes keverés közben beinjektáljuk a premixet. Hozzáadjuk a parfüm és szilikom premixet, majd 6 perc alatt 1,55 tömeg% kalcium-kloridot. A terméket lemezes hőcserélő-

ben 22 °C-ra hűtjük. A lehűtött termékhez hozzáadunk 0,45 tömeg% kalcium-kloridot, Kathont, festéket és habzáságtlító szert. A készítményhez egy nap múlva 1,0 tömeg% kalcium-kloridot adunk.

*A 2. és 3. készítmény előállítása:*

Egy lezárt lombikban DEQA-t, imidazolin-észtert, etoxilált zsíralkoholt és MTTMAC-t elegyítünk, és az adagmérettől függően 2–5 óra alatt 82–85 °C-ra melegítjük. Sósavval pH=1,7-re savanyított desztillált vízben szennyelítő polimert oldunk.

A lombikot lezárjuk, majd vízfürdőben 72 °C-ra melegítjük. A savas vizet átesszük egy 70 °C-os vízfürdőben lévő, keverőmotorral, terelőlemezekkel és különböző keverőtárcsákkal felszerelt keverőberendezésbe. A vizes közegbe keverés közben, 2–3 perc alatt lassan hozzáöntjük vagy szivattyúzzuk a premixet. A premix-adagolás felénél hozzáadjuk a kalcium-klorid 20%-át, és a keverés sebességét 1100–1200 fordulat/percre növeljük. Hozzáadjuk a maradék premixet, majd a kalcium-klorid további 30%-át. A készítményt egy perc alatt 450–500 fordulat/perc sebességnél Tekmar SD–45 kereskedelmi nevű szerrel elegyítjük. A készítményt jeges vízfürdőben vagy köpenyes Hobart keverőedényben, keverés közben hűtjük úgy, hogy 5–8 perc alatt szobahőmérsékletre hűljön. A hűlés alatt hozzáadjuk a maradék kalcium-kloridot.

*10. példa*

A következő táblázatokban nemionos felületaktív anyaggal kombinált DEQA-készítményeket ismertettünk. A kezdeti viszkozitásértékek a készítmények széles körében előnyösek; és a legelőnyösebb viszkozitástabilitási profilt a faggyúalkohol-etoxilát mutatja.

| Etoxilált zsíralkohol, zsíramin, zsírsav-amin       | HLB  | Friss viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |
|-----------------------------------------------------|------|----------------------------------------------|
| 1. C <sub>13-15</sub> , E <sub>8</sub>              | 12,5 | 1300                                         |
| 2. C <sub>13-15</sub> , E <sub>11</sub>             | 14   | 1300                                         |
| 3. C <sub>13-15</sub> , E <sub>30</sub>             | 17   | 1300                                         |
| 4. C <sub>12-14</sub> , E <sub>8</sub>              | 13   | 75                                           |
| 5. C <sub>16-18</sub> , E <sub>11</sub>             | 13   | 36–45                                        |
| 6. C <sub>16-18</sub> , E <sub>18</sub>             | 13   | 40–44                                        |
| 7. C <sub>16-18</sub> , E <sub>25</sub>             | 16   | 44                                           |
| 8. C <sub>16-18</sub> , E <sub>50</sub>             | 18   | 57                                           |
| 9. C <sub>10</sub> , E <sub>3</sub> (oxo-alkohol)   | 9    | 10 000                                       |
| 10. C <sub>10</sub> , E <sub>7</sub> (oxo-alkohol)  | 13   | 10 000                                       |
| 11. C <sub>10</sub> , E <sub>8</sub> (oxo-alkohol)  | 14   | 10 000                                       |
| 12. C <sub>10</sub> , E <sub>11</sub> (oxo-alkohol) | 15   | 10 000                                       |
| 13. C <sub>13</sub> , E <sub>3</sub> (oxo-alkohol)  | 8    | 70                                           |
| 14. C <sub>13</sub> , E <sub>5</sub> (oxo-alkohol)  | 10   | 11                                           |
| 15. C <sub>13</sub> , E <sub>8</sub> (oxo-alkohol)  | 13   | 6000                                         |
| 16. C <sub>13</sub> , E <sub>12</sub> (oxo-alkohol) | 14,5 | 6000                                         |
| 17. zsíramin, E <sub>12</sub>                       | –    | gél                                          |

| Etoxilált zsíralkohol, zsíramin, zsírsav-amin | HLB | Friss viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |
|-----------------------------------------------|-----|----------------------------------------------|
| 5 18. zsíramin, E <sub>10</sub>               | –   | gél                                          |
| 19. Emulan OU (zsíralkohol-etoxilát)          | 17  | 900                                          |
| 10 20. Emulan OG (zsíralkohol-etoxilát)       | 17  | 900                                          |

Az összes alkohol 1,5 tömeg% és a DEQA 24,5 tömeg% mennyiségben van jelen.

Táblázat folytatása:

| Etoxilált zsíralkohol, zsíramin, zsírsav-amin          | 20–25 °C-on (szobahőm.) |             | Viszkozitás [Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ]<br>4 °C-on |
|--------------------------------------------------------|-------------------------|-------------|---------------------------------------------------|
|                                                        | 1 nap múlva             | 3 nap múlva | 1 nap múlva                                       |
| 15 1. C <sub>13-15</sub> , E <sub>8</sub>              | gél                     | gél         | gél                                               |
| 2. C <sub>13-15</sub> , E <sub>11</sub>                | gél                     | gél         | gél                                               |
| 3. C <sub>13-15</sub> , E <sub>30</sub>                | gél                     | gél         | gél                                               |
| 20 4. C <sub>12-14</sub> , E <sub>8</sub>              | 6700                    | gél         | gél                                               |
| 5. C <sub>16-18</sub> , E <sub>11</sub>                | 32–45                   | 32–50       | 50–200                                            |
| 6. C <sub>16-18</sub> , E <sub>18</sub>                | 37–43                   | 40–45       | 39–60                                             |
| 30 7. C <sub>16-18</sub> , E <sub>25</sub>             | 45                      | 46          | gél                                               |
| 8. C <sub>16-18</sub> , E <sub>50</sub>                | 75                      | –           |                                                   |
| 9. C <sub>10</sub> , E <sub>3</sub> (oxo-alkohol)      | gél                     | gél         | gél                                               |
| 35 10. C <sub>10</sub> , E <sub>7</sub> (oxo-alkohol)  | gél                     | gél         | gél                                               |
| 11. C <sub>10</sub> , E <sub>8</sub> (oxo-alkohol)     | gél                     | gél         | gél                                               |
| 40 12. C <sub>10</sub> , E <sub>11</sub> (oxo-alkohol) | gél                     | gél         | gél                                               |
| 13. C <sub>13</sub> , E <sub>3</sub> (oxo-alkohol)     | gél                     | gél         | gél                                               |
| 45 14. C <sub>13</sub> , E <sub>5</sub> (oxo-alkohol)  | gél                     | gél         | gél                                               |
| 15. C <sub>13</sub> , E <sub>8</sub> (oxo-alkohol)     | gél                     | gél         | gél                                               |
| 50 16. C <sub>13</sub> , E <sub>12</sub> (oxo-alkohol) | gél                     | gél         | gél                                               |
| 17. zsíramin, E <sub>12</sub>                          | gél                     | gél         | gél                                               |
| 18. zsíramin, E <sub>10</sub>                          | gél                     | gél         | gél                                               |
| 55 19. Emulan OU (zsíralkohol-etoxilát)                | gél                     | gél         | gél                                               |
| 20. Emulan OG (zsíralkohol-etoxilát)                   | gél                     | gél         | gél                                               |

Az összes alkohol 1,5 tömeg% és a DEQA 24,5 tömeg% mennyiségben van jelen.

| Etoxilált zsíralkohol,<br>zsíramin, zsírsav-amin       | 4 °C-on        |                |                | Viszkozitás<br>[Pa.s×10 <sup>-3</sup> ]<br>10 °C-on |  |  |
|--------------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------------------------------------|--|--|
|                                                        | 3 nap<br>múlva | 1 nap<br>múlva | 3 nap<br>múlva |                                                     |  |  |
| 1. C <sub>13-15</sub> , E <sub>8</sub>                 | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 2. C <sub>13-15</sub> , E <sub>11</sub>                | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 3. C <sub>13-15</sub> , E <sub>30</sub>                | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 4. C <sub>12-14</sub> , E <sub>8</sub>                 | –              | gél            | –              |                                                     |  |  |
| 5. C <sub>16-18</sub> , E <sub>11</sub>                | 200–gél        | 40–110         | 60–140         |                                                     |  |  |
| 6. C <sub>16-18</sub> , E <sub>18</sub>                | gél            | 39–60          | 160–gél        |                                                     |  |  |
| 7. C <sub>16-18</sub> , E <sub>25</sub>                | gél            | –              | 170–gél        |                                                     |  |  |
| 8. C <sub>16-18</sub> , E <sub>50</sub>                | gél            | –              | 8000           |                                                     |  |  |
| 9. C <sub>10</sub> , E <sub>3</sub><br>(oxo-alkohol)   | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 10. C <sub>10</sub> , E <sub>7</sub><br>(oxo-alkohol)  | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 11. C <sub>10</sub> , E <sub>8</sub><br>(oxo-alkohol)  | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 12. C <sub>10</sub> , E <sub>11</sub><br>(oxo-alkohol) | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 13. C <sub>13</sub> , E <sub>3</sub><br>(oxo-alkohol)  | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 14. C <sub>13</sub> , E <sub>5</sub><br>(oxo-alkohol)  | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 15. C <sub>13</sub> , E <sub>8</sub><br>(oxo-alkohol)  | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 16. C <sub>13</sub> , E <sub>12</sub><br>(oxo-alkohol) | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 17. zsíramin, E <sub>12</sub>                          | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 18. zsíramin, E <sub>10</sub>                          | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 19. Emulan OU<br>(zsíralkohol-etoxilát)                | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |
| 20. Emulan OG<br>(zsíralkohol-etoxilát)                | gél            | gél            | gél            |                                                     |  |  |

Az összes alkohol 1,5 tömeg% és a DEQA 24,5 tömeg% mennyiségben van jelen.

#### 11. példa

##### DEQA-premix fluidizáció/viszkozitás 95 °C-on

A következőkben ismertetésre kerülő táblázatban a DEQA/nemionos felületaktív anyaghoz hozzáadott fluidizáló szer premixviszkozításra kifejtett hatását mutatjuk be.

| Komponens                                                                           | Arány  | Viszkozitás<br>[Pa.s×10 <sup>-3</sup> ] |
|-------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----------------------------------------|
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol, E <sub>10</sub>                         | 10:1   | 7200                                    |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /MTTMAC <sup>2</sup> | 10:1:1 | 200                                     |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IA <sup>3</sup>     | 10:1:1 | 1070                                    |

| Komponens                                                                               | Arány  | Viszkozitás<br>[Pa.s×10 <sup>-3</sup> ] |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----------------------------------------|
| 5 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IAS <sup>4</sup>      | 10:1:1 | 500                                     |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IE <sup>5</sup>         | 9:1:1  | 40                                      |
| 10 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IE <sup>5</sup>      | 5:5:1  | 60                                      |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>12-13</sub> alkohol, E <sub>12</sub>                          | 10:1   | 2260                                    |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>12-13</sub> alkohol,<br>E <sub>12</sub> /MTTMAC <sup>2</sup>  | 10:1:1 | 3450                                    |
| 15 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>12-13</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IA <sup>3</sup>   | 10:1:1 | 1000                                    |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>12-13</sub> alkohol,<br>E <sub>10</sub> /IAS <sup>4</sup>     | 10:1:1 | 440                                     |
| 20 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>14-15</sub> alkohol,<br>E <sub>100</sub>                   | 10:1   | 280 000                                 |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>14-15</sub> alkohol,<br>E <sub>100</sub> /MTTMAC <sup>2</sup> | 10:1   | 4250                                    |
| 25 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol, E <sub>20</sub>                          | 10:1   | 7300                                    |
| DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>20</sub> /MTTMAC <sup>2</sup>     | 10:1:1 | 5600                                    |
| 30 DEQA <sup>1</sup> /C <sub>18</sub> alkohol,<br>E <sub>20</sub> /IA <sup>3</sup>      | 10:1:1 | 840                                     |

<sup>1</sup> Di(faggyúolaj-oxi-etil)-dimetil-ammónium-klorid

<sup>2</sup> Monofaggyú-trimetil-ammónium-klorid

<sup>3</sup> Faggyú-hidroxi-etil-imidazolin – Varine HT kereskedelmi nevű szer

35 <sup>4</sup> Sztearyl-hidroxi-etil-imidazolin – Schercozoline S kereskedelmi nevű szer

<sup>5</sup> Difaggyúalkil-imidazolin-észter

Az összes alkotórészt (DEQA, premix fluidizáló szer és viszkozitás- és/vagy diszperzibilitás módosító szer) egy főzőpohárban 95 °C-on melegítjük, míg megoldvadnak. A viszkozitást egy Brookfield viszkoziméterrel mérjük (95 °C perditet:5). Ezeket a premixeket 50–1000 µm szemcsés készítményekké szilárdíthatjuk, vagy nagy nyíróerővel 70–72 °C-os vízbe injektálhatjuk, és így 24,5 tömeg%-os koncentrált folyékony DEQA-készítményt kapunk.

#### 12. példa

##### Kolin-észter-tartalmú koncentrált diszperziók viszkozitása

50 A készítményeket a következő összetevőkből állítjuk elő:

| Komponens         | 1        | 2     | 3     | 4     |
|-------------------|----------|-------|-------|-------|
|                   | [tömeg%] |       |       |       |
| DEQA <sup>1</sup> | 20       | 20    | 20    | 20    |
| CaCl <sub>2</sub> | 0,375    | 0,375 | 0,375 | 0,375 |

| Komponens                           | 1                    | 2 | 3 | 4 |
|-------------------------------------|----------------------|---|---|---|
|                                     | [tömeg%]             |   |   |   |
| C <sub>12</sub> kolin-észter-klorid | –                    | 2 | – | 2 |
| víz                                 | kiegészítő mennyiség |   |   |   |

<sup>1</sup> 1. és 2. készítmény: 2,3-di(faggyúolaj-oxo-etil)-propil-trimetil-ammónium-klorid; 3. és 4. készítmény: di(faggyúolaj-oxo-etil)-hidroxi-etil-metil-ammónium-szulfát

Az egyetlen hosszú láncú alkil kationos felületaktív anyag hozzáadása javítja a diszperziók fluiditását és a stabilitását.

| Az 1. készítmény tárolási stabilitása<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |                  |
|---------------------------------------------------------------------|------------------|
| Friss=867                                                           | Szobahőmérséklet |
| 1 nap múlva                                                         | krém             |
| 3 nap múlva                                                         | krém             |
| 31 nap múlva                                                        | krém             |

| A 2. készítmény tárolási stabilitása<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |                  |
|--------------------------------------------------------------------|------------------|
| Friss=115                                                          | Szobahőmérséklet |
| 1 nap múlva                                                        | 2940             |
| 3 nap múlva                                                        | 1700             |
| 31 nap múlva                                                       | 280              |

| A 3. készítmény tárolási stabilitása<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |                  |
|--------------------------------------------------------------------|------------------|
| Friss=krém                                                         | Szobahőmérséklet |
| 1 nap múlva                                                        | krém             |
| 3 nap múlva                                                        | krém             |
| 31 nap múlva                                                       | krém             |

| A 4. készítmény tárolási stabilitása<br>[Pa.s × 10 <sup>-3</sup> ] |                  |
|--------------------------------------------------------------------|------------------|
| Friss=57                                                           | Szobahőmérséklet |
| 1 nap múlva                                                        | 35               |
| 3 nap múlva                                                        | 39               |
| 31 nap múlva                                                       | 124              |

Az 1. és 3. készítmények előállítása:

DEQA-t forgó bepárló berendezésben állandó tömegig szárítunk. A száraz szilárd anyagot egy saválló acél Waring-cellába tesszük, és 1 órán át 110 °C-on, majd 3 órán át 90 °C-on melegítjük. Az olvadt DEQA-hoz nagy nyíróerejű keverés közben forró vizet öntünk. Melegen hozzáadjuk a kalcium-klorid 1/3-át, és az elegy

felhígul. Amikor az elegy homogénnek látszik, egy 20 °C-os fürdőben szobahőmérsékletre hűtjük. A lehűlés után hozzáadjuk a maradék kalcium-kloridot, és Waring-keverővel elkeverjük. A keverés folytatásával a diszperzió felhígul. A diszperziót szobahőmérsékletre hűtjük. Az 1. készítmény esetén a kezdeti viszkozitás (Brookfield LVTD VIII) 0,867 Pa.s. A 3. készítmény esetén a diszperzió krém, és hűtés után is krém marad.

10 A 2. és 4. készítmények előállítása:

Száraz DEQA-t és C<sub>12</sub> kolin-észter-kloridot elegyítünk, és saválló acél Waring-cellában a 2. készítményt 110 °C-ra, a 4. készítményt 90 °C-ra melegítjük. Az olvadt elegyhez nagy nyíróerejű keverés közben forró vizet öntünk. Melegen hozzáadjuk a kalcium-klorid 1/3-át, és az elegy felhígul. Az elegyet egy 20 °C-os fürdőben szobahőmérsékletre hűtjük. A lehűlés után hozzáadjuk a maradék kalcium-kloridot. A keverés folytatásával a diszperzió nagyon felhígul. A diszperziót Tekmar T25 malomban megőröljük, és szobahőmérsékletre hűtjük. A 2. készítmény esetén a kezdeti viszkozitás (Brookfield LVTD VIII) 0,115 Pa.s, és a 4. készítmény esetén 0,057 Pa.s.

25 Ha a fenti példákban ismertetett készítményeket hagyományos automatikus mosógépben olyan mennyiségben alkalmazzuk, hogy a DEQA-koncentráció 500 tömeg ppm legyen, mindegyik fenti készítménnyel jó lágyítóhatást érhetünk el. Ha a fenti példák bármelyikében a DEQA-t egyéb olyan DEQA-val helyettesítjük, 30 amelyben egy metilcsoportot egy hidroxi-etil-csoport helyettesít vagy a DEQA helyett trimetil-difaggyúolaj-gliceril-ammónium-kloridot alkalmazunk, hasonlóan jó koncentrált szilárd szemcsés készítményeket és stabil koncentrált folyékony készítményeket nyerünk; a 35 premixek kielégítően alacsony viszkozitást mutatnak; és a textília lágy.

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

40 1. Koncentrált, szilárd szemcsés vagy folyékony kationos textillágyító készítmény, amely diészterkvaterner ammónium textillágyító vegyületet és viszkozitást és/vagy diszperzibilitást módosító szert tartalmaz a textillágyító készítmények szokásos adalékanyagai 45 mellett, *azzal jellemezve*, hogy

I. a szilárd szemcsés készítmény összetétele a következő:

50 A) 50–95 tömeg%, előnyösen 60–90 tömeg% diészterkvaterner ammónium textillágyító vegyület, amely

1) olyan (I) általános képletű vegyület, amelyben

Y jelentése egymástól függetlenül –O–(O)C– vagy –C(O)O–csoport;

55 m értéke 2 vagy 3, előnyösen 3;

n értéke 1–4;

R jelentése egymástól függetlenül 1–6 szénatomos alkil-, hidroxi-alkil-csoport vagy benzilcsoport vagy ezek elegyei; előnyösen 1–6 szénatomos alkil-csoport; vagy szintén előnyösen egy R jelentése 60

- 1–6 szénatomos alkilcsoport és egy R jelentése 1–6 szénatomos hidroxil-alkil-csoport;
- R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül 12–22 szénatomos szénhidrogén- vagy helyettesített szénhidrogéncsoport; és az
- X<sup>-</sup>-ellenion lágyítószer kompatibilis anion;
- 2) olyan (II) általános képletű vegyület, amelyben R jelentése egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkil-, hidroxil-alkil-csoport vagy benzilcsoport vagy ezek elegyei, előnyösen metilcsoport;
- R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül 11–22 szénatomos alkil-, előnyösen 16–18 szénatomos alkilcsoport; és az
- X<sup>-</sup>-ellenion vízdoldható anion; és
- 3) a fentiek elegyei; és
- B) 3–30 tömeg%, előnyösen 5–20 tömeg% viszkozitást és/vagy diszperzibilitást módosító szer, amely
- 1) egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag, amely a készítményben 15 tömeg%-ig terjedő mennyiségben van jelen, és előnyösen 12–14 szénatomos kolin-észter;
- 2) egy nemionos felületaktív anyag, amely legalább 8 etoxicsoportot tartalmaz, a készítményben jelenlévő mennyisége 20 tömeg%-ig terjed, és előnyösen olyan 10–14 szénatomos alkohol, amely poli(10–18) etoxilát-csoportot tartalmaz; és
- 3) a fentiek elegyei;
- ahol az A) és B) komponensek tömegaránya (15:1)-től (2:1)-ig terjed; és a szemcsék mérete 50 µm-től 1000 µm-ig terjed; vagy
- II. a koncentrált folyékony készítmény összetétele a következő:
- A) 15–50 tömeg%, előnyösen 15–35 tömeg% biológiailag lebontható diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyület, amely
- 1) olyan (I) általános képletű vegyület, amelyben Y jelentése egymástól függetlenül –O(O)C- vagy –C(O)–O-csoport;
- m értéke 2 vagy 3, előnyösen 2;
- n értéke 1–4;
- R jelentése egymástól függetlenül 1–6 szénatomos alkil-, hidroxil-alkil-csoport vagy benzilcsoport vagy ezek elegyei; előnyösen 1–6 szénatomos alkil-csoport; vagy szintén előnyösen egy R jelentése 1–6 szénatomos alkilcsoport és egy R jelentése 1–6 szénatomos hidroxil-alkil-csoport;
- R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül 12–22 szénatomos szénhidrogén- vagy helyettesített szénhidrogéncsoport; és az
- X<sup>-</sup>-ellenion lágyítószer kompatibilis anion;
- 2) olyan (II) általános képletű vegyület, amelyben R jelentése egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkil-, hidroxil-alkil-csoport vagy benzilcsoport vagy ezek elegyei, előnyösen metilcsoport;
- R<sup>2</sup> jelentése egymástól függetlenül 11–22 szénatomos alkil-, előnyösen 16–18 szénatomos alkilcsoport; és az
- X<sup>-</sup>-ellenion vízdoldható anion; és
- 3) a fentiek elegyei; és
- B) 0,1–30 tömeg%, előnyösen 0,2–20 tömeg% viszkozitást és/vagy diszperzibilitást módosító szer, amely
- 1) egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag, amely a készítményben 15 tömeg%-ig terjedő hatásos mennyiségben van jelen, és előnyösen 12–18 szénatomos kolin-észter;
- 2) egy nemionos felületaktív anyag, amely legalább 8 és előnyösen legfeljebb 30 etoxicsoportot tartalmaz, a készítményben jelenlévő mennyisége 5 tömeg%-ig terjed, és még előnyösebben egy olyan 16–18 szénatomos alkohol-etoxilát, amely 10–15 vagy 20–30 etoxilát-csoportot tartalmaz; és
- 3) a fentiek elegyei; és
- C) egy folyékony hordozó;
- ahol az (A) és (B) tömegaránya 8:1-től 30:1-ig terjed, és a folyékony hordozóban a víz mennyisége több, mint 50 tömeg% a hordozóra vonatkoztatva, ahol az I. és II. készítményekben a diészter-kvaterner ammónium textillágyító vegyület diészter-tartalma legalább 80 tömeg%, és az I. és II. készítmény 100 tömeg%-áig terjedő mennyiségben a textillágyító készítmények szokásos adalékanyagait tartalmazza.
2. Az 1. igénypont szerinti kationos textillágyító készítmény, *azzal jellemezve*, hogy legfeljebb 10 tömeg%-ig terjedő mennyiségű olyan (XII) általános képletű szennylazító polimert is tartalmaz, amelyben
- X jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy acilcsoport, előnyösen metilcsoport;
- n értéke 6–113, előnyösen 40; és
- u értéke kisebb, mint 10, előnyösen 4;
- R<sup>1</sup> jelentése egymástól függetlenül fenilén-, arilén-, alkarilén-alkilén- vagy alkenilcsoport vagy ezek elegyei, előnyösen 1,4-fenilcsoport;
- R<sup>2</sup> jelentése etilén- vagy szubsztituált etilcsoport, 1,2-propilcsoport vagy ezek elegyei, előnyösen etilén- vagy 1,2-propilcsoport vagy ezek elegyei;
- ahol a polimer a II. koncentrált folyékony készítmények stabilitását javítja, és ezek a készítmények az illető I. szemcsés készítményekből állíthatók elő víz hozzáadással.
3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti kationos textillágyító készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a hatóanyag diszpergálásra 10–40 tömeg%, illetve 0,5–10 tömeg% poliglicerín-monosztearát nemionos textillágyító szer és/vagy a statikus tulajdonságok szabályozásához folyékony készítmények esetén legfeljebb 20 tömeg% és szilárd készítmények esetén legfeljebb 40 tömeg% diszubsztituált imidazolint is tartalmaz.
4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amely egy olvasztott premix alkalmazásával készül, amely lényegében a következőkből áll:
- A) egy diészter-kvaterner ammóniumvegyület, és adott esetben
- B) egy viszkozitás- és/vagy diszperzibilitás módosító szer és
- C) egy premix fluidizáló szer, amely lehet
1. lineáris zsírsav-monoészter;
  2. rövid láncú (1–3 szénatomos) alkohol;
  3. diszubsztituált imidazolin-észter lágyító vegyület;
  4. imidazolin vagy imidazolin-alkoholok;
  5. egyetlen hosszú láncú alkilcsoportot tartalmazó kationos felületaktív anyag;



6. di(hosszú láncú)-amin és di(hosszú láncú)-észteramin, mono(hosszú láncú)-amin és mono(hosszú láncú)-észteramin és/vagy amin-oxid;
7. alkil- vagy alkenil-borostyánkősavanhidrid vagy -sav, hosszú láncú zsíralkohol és/vagy zsírsav; és
8. ezek elegyei; és
- a C) előnyösen az 1., 3., 4., 5. komponensek vagy ezek elegyei által alkotott csoportból választott vegyület.
5. Az 1. igénypont szerinti II. folyékony készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a B) egy 10–18 szénatomos alkil-trimetil-ammonium kationos viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szer.
6. Az 1. igénypont szerinti II. folyékony készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a B) egy olyan nemionos felületaktív anyag, amelynek mennyisége a készítmény tömegére számolva legfeljebb 5 tömeg%-ig terjed; ez a vegyület 8–30 etoxicsoportot tartalmaz, vagy még előnyösebben egy 10–15 etoxicsoportot vagy 20–30 etoxicsoportot tartalmazó, 16–18 szénatomos alkohol.
7. Egy 1–4. igénypontok bármelyike szerinti szilárd szemcsés készítmény, amely 5–50 tömeg% diészterkvaterner ammónium-vegyületet tartalmazó folyékony készítmények előállítására alkalmas, *azzal jellemezve*, hogy a szilárd szemcsés készítmény stabilitásának növelésére még legalább egy következő anyagot tartalmaz:
- 0,05 tömeg%-tól 5 tömeg%-ig terjedő mennyiségű szervesetlen elektrolit;
  - 0,3 tömeg%-tól 3 tömeg%-ig terjedő mennyiségű szennylazító polimer;
  - parfüm, festék, habzágató szer, áramlást segítő szer vagy ezek elegyei.
8. Eljárás a fenti 1–4. igénypontok szerinti I. szilárd szemcsés készítmények – amelyek 5 tömeg%-tól 50 tömeg%-ig terjedő mennyiségű diészterkvaterner ammónium-vegyületet tartalmazó folyékony készítmények előállítására alkalmazhatók – előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a következő lépésekből áll:
1. DEQA-t, viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szert, adott esetben premix fluidizáló szert, szennylazító polimert és nemionos lágyítószert összekeverve egy premix elegyet állítunk elő:
2. a premix elegyet hűtéssel megszilárdítjuk;
  3. az így kapott megszilárdult premix elegyet finom porrá őröljük;
  4. melegítéssel és/vagy vákuumextrahálással eltávolítjuk az elegyben esetleg benne lévő oldószert, majd a finom port leszítáljuk;
  5. a készítményhez adott esetben parfümöt, habzágató szert és elektrolitot adunk;
  6. a készítményt pormentes, szabadon áramló porrá agglomeráljuk; és
  7. a készítményhez a granulátum esztétikai vagy fizikai tulajdonságainak javítására adott esetben festéket és áramlásjavító szert is adunk.
9. Eljárás az 1–3., 5. vagy 6. igénypontok bármelyike szerinti folyékony lágyító készítmények előállítására, *azzal jellemezve*, hogy az eljárás a következő lépésekből áll:
- a) a fenti 1–4. igénypontok bármelyike szerinti, előnyösen 50 µm-től 1000 µm-ig terjedő átlagos szemcseméretű szemcsés szilárd készítményt 20–90 °C hőmérsékletű vízhez adjuk; és
  - b) az elegyet keverjük;
- ahol a kapott folyékony készítmény 5 tömeg%-tól 50 tömeg%-ig terjedő mennyiségű diészterkvaterner ammónium textillágyító vegyületet és 0,1 tömeg%-tól 30 tömeg%-ig terjedő mennyiségű viszkozitás- és/vagy diszperzibilitásmódosító szert tartalmaz.
10. Eljárás textília lágyítására, *azzal jellemezve*, hogy az öblítőkiklus megfelelő öblítő szakaszában az öblítővízhez az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti szemcsés szilárd készítményt adunk olyan mennyiségben, hogy a textillágyító készítmény aktív koncentrációja az öblítőfürdőben 10–1000 ppm.

