



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 20 567 T2 2007.06.06**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 167 617 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 20 567.7**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP01/00286**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 901 411.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2001/053599**

(86) PCT-Anmeldetag: **18.01.2001**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **26.07.2001**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **02.01.2002**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **14.06.2006**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **06.06.2007**

(51) Int Cl.⁸: **D06M 13/467** (2006.01)
C11D 1/86 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

2000009721 19.01.2000 JP

2000009722 19.01.2000 JP

2000196882 29.06.2000 JP

(73) Patentinhaber:

Kao Corporation, Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:

HOFFMANN & EITLE, 81925 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(72) Erfinder:

**USHIO, Kao Corporation, Noriaki, Wakayama-shi,
Wakayama 640-8580, JP; HAYASHI, Kao
Corporation, Hiromitsu, Wakayama-shi,
Wakayama 640-8580, JP; TAGATA, Kao
Corporation, Shuji, Wakayama-shi, Wakayama
640-8580, JP**

(54) Bezeichnung: **WEICHMACHERZUSAMMENSETZUNG FÜR DIE TEXTILAUSTRÜSTUNG**

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

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

TECHNISCHES GEBIET:

[0001] Die Erfindung betrifft eine Weichmacherzusammensetzung für Textilien.

STAND DER TECHNIK:

[0002] Zur Zeit sind Weichmacherzusammensetzungen für den Haushalt Zusammensetzungen auf Grundlage einer quaternären Ammoniumverbindung, enthaltend zwei langkettige Alkylgruppen in einem Molekül, typischerweise Di(hydriertes Talgalkyl)dimethylammonium. Der Grund für die Verwendung solcher Weichmacherzusammensetzungen ist, dass die quaternäre Ammoniumverbindung selbst in einer geringen Menge eine gute weichmachende Wirkung auf verschiedene Fasern zeigt. Diese Weichmacherzusammensetzungen unterliegen jedoch dem Problem einer öligen Oberfläche der Fasern und der Verschlechterung der Wasserabsorptionseigenschaften von Baumwollhandtüchern usw.

[0003] JP-B-4-28826 und JP-B-7-23584 offenbaren die Verwendung eines quaternären Ammoniumsalzes mit einer ungesättigten Alkylkette zur Verbesserung der Wasserabsorptionseigenschaften, wodurch die Wasserabsorptionseigenschaften von Baumwollhandtüchern verbessert werden, das Problem des schleimigen Gefühls, das von dem quaternären Ammoniumsalz herrührt, ist aber noch nicht gelöst.

[0004] JP-A-9-111660 beschreibt die Verwendung einer Mischung eines Polykations mit mindestens einer langkettigen hydrophoben Gruppe und einem anionischen Tensid, aber diese Technik konnte auch nicht den Wasserabsorptionseigenschaften und dem bevorzugten Gefühl genügen.

[0005] Andererseits besteht das Problem, dass eine Entfärbung von Kleidung durch wiederholtes Waschen auftritt, was zu einer Verschlechterung im Erscheinungsbild führt. Dies ist so aufgrund des Einflusses von Restchlor in Leitungswasser, und eine Technik zur Verhinderung der Entfärbung durch Einfangen von Restchlor ist gefunden worden. JP-A-10-506966 offenbart eine Weichmacherzusammensetzung, umfassend ein Chloreinfangmittel. In bezug auf die Kosten und die Lagerungsstabilität war es jedoch sehr unvorteilhaft, ein Chloreinfangmittel neben den Weichmacherkomponenten in die Weichmacherzusammensetzung einzuarbeiten.

[0006] Mit dem zunehmenden Aufkommen von automatischen Waschmaschinen in den letzten Jahren bestehen vermehrt Möglichkeiten, die Weichmacherzusammensetzung durch Einfüllen in ein automatisches Einfüllfach zu verwenden, aber wenn herkömmliche Weichmacherkomponenten verwendet werden, verbleiben sie in dem Einfüllfach, wodurch sie mit der Zeit ein Gel bilden, das eine Verstopfung in dem Einfüllfach oder das Problem einer ästhetisch unvorteilhaften Erscheinung bewirkt.

[0007] US 4 447 343 offenbart flüssige Textilweichmacherkonzentrate, bestehend im wesentlichen aus 26 bis 40 Gew.-% eines kationischen Weichmachers, wie z.B. Di-talgfettalkylimidazoliummethosulfat, 0,01 bis 8 Gew.-% eines anionischen Tensids, 0,01 bis 8 Gew.-% eines nicht-ionischen Dispergiermittels, 3 bis 30 Gew.-% eines C₁₋₃-Alkohols und Wasser in einer Menge auf 100%.

OFFENBARUNG DER ERFINDUNG:

[0008] Das erfindungsgemäße Ziel ist die Bereitstellung einer Weichmacherzusammensetzung, die Kleidung sehr weich macht und ihr ein bevorzugtes Gefühl ohne Verschlechterung der Wasserabsorptionseigenschaften von Textilien verleiht. Weiterhin stellt die Erfindung eine Weichmacherzusammensetzung bereit, die insbesondere Baumwolle eine bevorzugte Weichheit, Elastizität (flauschiges Gefühl) und Gefühl von Trockenheit mit geringer Öligkeit verleihen kann, wobei sie bezüglich der entfärbungsverhindernden Wirkung hervorragend ist. Weiterhin kann die Erfindung auch eine Weichmacherzusammensetzung bereitstellen, die keine Gelierung in einem automatischen Einfüllfach in einer Waschmaschine bewirkt.

[0009] Die Erfindung stellt eine Weichmacherzusammensetzung bereit, die eine Verbindung mit einer oder mehreren C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppen und zwei oder mehreren Gruppen, ausgewählt aus einer Aminogruppe und einer quaternären Ammoniumgruppe im Molekül (Komponente (a)), ein anionisches Tensid mit einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe (Komponente (b)) und ein nicht-ionisches Tensid (Komponente (c)) umfasst, wobei das molare Verhältnis der Komponente (a) zur Komponente (b) 90:10 bis 50:50 beträgt.

[0010] Die Komponente (a) zeigt eine weichmachende Wirkung.

[0011] Vorzugsweise weist entweder die Komponente (a) oder die Komponente (b) mindestens eine Kohlenwasserstoffgruppe auf, ausgewählt aus:

- (1) einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe mit einer oder mehreren ungesättigten Bindungen, und
- (2) einer verzweigten C₈₋₃₆-Alkylgruppe.

[0012] Vorzugsweise ist die Komponente (a) eine Verbindung mit mindestens einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe, mindestens einer quaternären Ammoniumgruppe und mindestens einer tertiären Aminogruppe, und das Kationenäquivalent der quaternären Ammoniumgruppe der Komponente (a) zu dem Anionenäquivalent der Komponente (b) beträgt 90:10 bis 40:60.

[0013] Die Komponente (a) ist vorzugsweise eine durch die Formel (2) dargestellte Verbindung:



wobei mindestens ein Vertreter von R¹ und R² eine C₈₋₃₆-Alkyl- oder -Alkenylgruppe ist, die durch eine Estergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die andere Gruppe eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe ist; A, B und C jeweils eine Gruppe -N⁺(R³)(R⁴)- oder -N(R⁵)- darstellen, unter der Massgabe, dass mindestens ein Vertreter von A, B und C -N⁺(R³)(R⁴)- ist und A, B und C nicht gleichzeitig -N⁺(R³)(R⁴)- sind, wobei R³, R⁴ und R⁵ gleich oder verschieden voneinander sind und eine C₁₋₅-Alkyl- oder -Hydroxyalkylgruppe darstellen; P und Q jeweils eine C₁₋₅-Alkylengruppe darstellen, die durch eine Estergruppe, eine Ethergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die mit einer Hydroxygruppe oder einer Ethergruppe substituiert sein kann; a die Anzahl der -N⁺(R³)(R⁴)-Gruppen in A, B und C ist; n eine Zahl von 1 bis 3 ist; und m eine Zahl von 0 bis 2 ist; und X⁻ ein Anion ist.

[0014] Alternativ ist in der Formel mindestens ein Vertreter von R¹ und R² eine C₈₋₃₆-Alkyl- oder -Alkenylgruppe, die durch eine Estergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die andere Gruppe ist eine C₁₋₅-Alkyl- oder -Hydroxyalkylgruppe; A, B und C können gleich oder verschieden voneinander sein und jeweils eine Gruppe -N⁺(R³)(R⁴)- oder -N(R⁵)- darstellen, wobei R³, R⁴ und R⁵ gleich oder verschieden voneinander sein können und eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxygruppe darstellen; P und Q jeweils eine C₁₋₅-Alkylengruppe darstellen, die durch eine Estergruppe, eine Ethergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann und mit einer Hydroxygruppe oder einer Ethergruppe substituiert sein kann; a die Anzahl von -N⁺(R³)(R⁴)-Gruppen in A, B und C ist; n eine Zahl von 1 bis 3 ist, und m eine Zahl von 0 bis 2 ist; und X ein Anion ist.

[0015] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann weiterhin 0,5 bis 20 Gew.-% einer Komponente (d) umfassen, deren δ 20 bis 40 beträgt, wie durch die Formel (1) bestimmt:

$$\delta = [(14.820 + 99,2T_b + 0,084T_b^2)/V]^{1/2} \quad (1)$$

wobei T_b die Siedetemperatur (°K) und V das molare Volumen (cm³/mol) bei 20°C ist.

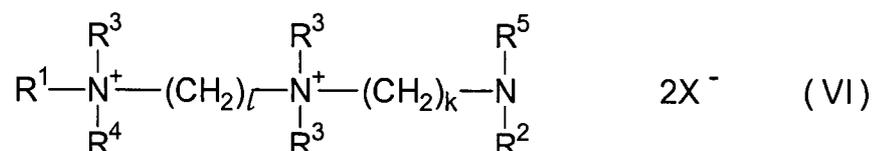
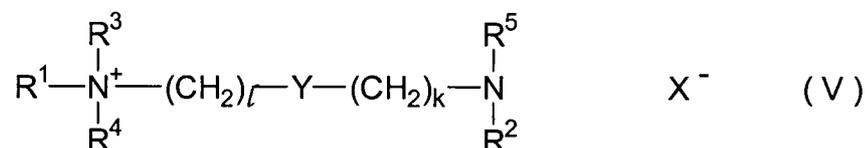
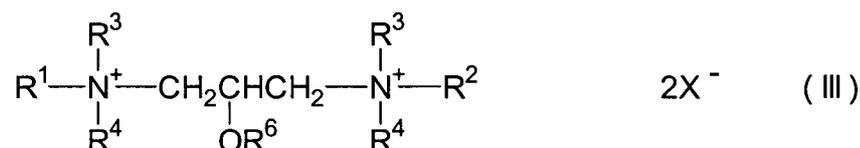
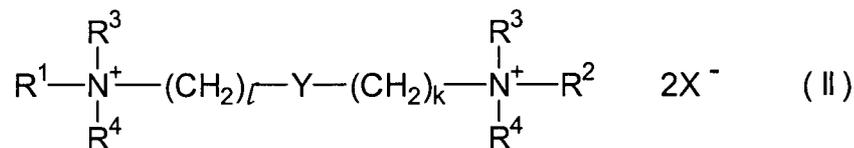
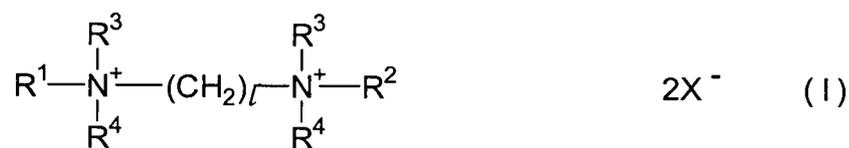
[0016] Weiterhin umfasst die Erfindung eine Zusammensetzung, die 3 bis 50 Gew.-% einer Verbindung mit zwei oder mehreren quaternären Ammoniumgruppen oder tertiären Aminogruppen und einer oder mehreren C₈₋₃₆-Alkyl- oder -Alkenylgruppen im Molekül als Komponente (a), 0,5 bis 30 Gew.-% eines anionischen Tensids als Komponente (b), 0,1 bis 10 Gew.-% eines nicht-ionischen Tensids als Komponente (c) und 0,5 bis 20 Gew.-% der Komponente (d) umfasst.

GENAUE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG:

[0017] Die Ausführungsform (1) der Komponente (a) ist eine Verbindung mit einer oder mehreren C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppen und zwei oder mehreren Gruppen, ausgewählt aus einer Aminogruppe und einer quaternären Ammoniumgruppe im Molekül, und wird vorzugsweise dargestellt durch die Formel (2).

[0018] Alternativ ist die Komponente (a) eine Verbindung mit zwei oder mehr, vorzugsweise zwei oder drei, und am bevorzugtesten zwei Gruppen, ausgewählt aus einer quaternären Ammoniumgruppe und einer tertiären Aminogruppe, und einer oder mehreren, bevorzugter einer oder zwei, und am bevorzugtesten einer Gruppe, ausgewählt aus C₈₋₃₆-Alkyl- und -Alkenylgruppen, und sie ist die Hauptkomponente zum Weichmachen.

[0019] Bevorzugte Beispiele solcher Verbindungen umfassen die folgenden Verbindungen:



wobei R¹ bis R⁵ und X⁻ die gleichen Bedeutungen wie oben aufweisen, R⁶ ein Wasserstoffatom oder eine C₁₋₁₂-Alkylgruppe oder eine Oxyethylengruppe mit einem durchschnittlichen Kondensationsgrad von 1 bis 20 darstellt; Y eine Gruppe, ausgewählt aus -COO-, -OCO-, -CONH-, -NHCO- und -O-, ist und l und k gleich oder voneinander verschieden sein können und eine Zahl von 1 bis 5 darstellen.

[0020] Von den obigen erfindungsgemässen Verbindungen sind (I), (II), (IV) und (V) bevorzugt, und (II) und (V) sind besonders bevorzugt.

[0021] Erfindungsgemäss ist es auch bevorzugt, dass R¹ und/oder R², vorzugsweise R¹ oder R², eine C₁₄₋₂₄-Alkyl- oder Alkenylgruppe ist, die durch eine Estergruppe und/oder eine Amidgruppe unterbrochen ist, und es ist besonders bevorzugt eine Gruppe ausgewählt aus R⁷-COZ-R⁸- und R⁷-ZCO-R⁸-. In der Formel stellt R⁷ eine C₁₃₋₁₉-Alkyl- oder -Alkenylgruppe dar, und R⁸ ist eine Alkenylgruppe, enthaltend 1 bis 5 Kohlenstoffatome, vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatome. Z stellt -O- oder -NH- dar.

[0022] Unter den als Komponente (a) veranschaulichten Verbindungen können die Verbindungen mit einer

tertiären Aminogruppe solche sein, deren tertiäre Aminogruppe vor Einarbeitung in die Weichmacherzusammensetzung mit einer Säure neutralisiert worden ist. Die Säure für die Neutralisierung ist vorzugsweise Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure und Fettsäure, insbesondere Salzsäure und Schwefelsäure.

[0023] Als Ausführungsform (2) der erfindungsgemässen Komponente (a) kann die Komponente (a) und/oder die Komponente (b), vorzugsweise die Komponente (a) oder die Komponente (b), bevorzugter die Komponente (a), mindestens eine Kohlenwasserstoffgruppe, ausgewählt aus <1> einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe mit einer oder mehreren ungesättigten Bindungen (hiernach als Kohlenwasserstoffgruppe <1> bezeichnet) und <2> einer verzweigten C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe (hiernach als Kohlenwasserstoffgruppe <2> bezeichnet), sein. Wenn eine Mehrzahl von Komponenten (a) oder (b) verwendet wird, kann mindestens eine dieser Verbindungen mindestens eine Kohlenwasserstoffgruppe, ausgewählt aus der Kohlenwasserstoffgruppe <1> und der Kohlenwasserstoffgruppe <2>, aufweisen.

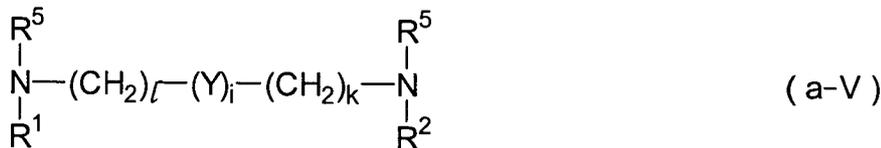
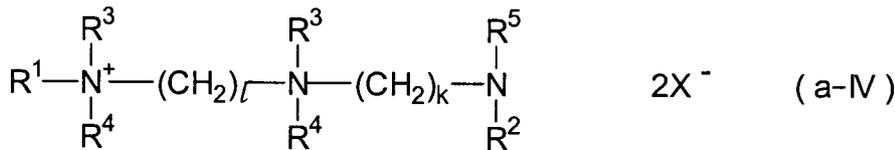
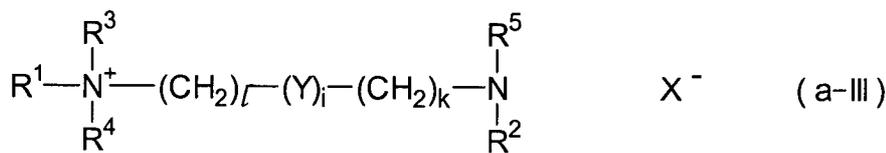
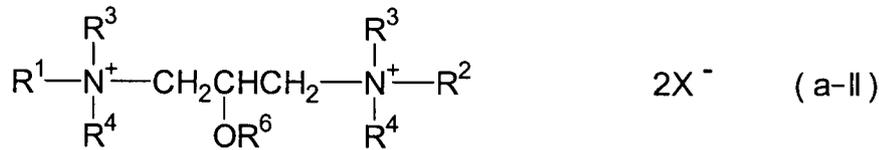
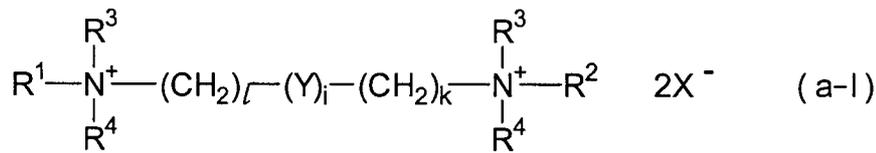
[0024] Die Kohlenwasserstoffgruppe <1> ist vorzugsweise eine Oleylgruppe, eine Elaidylgruppe, eine Linolgruppe, eine Linolengruppe, eine Erucylgruppe oder eine Brassidylgruppe. Weiterhin ist die Kohlenwasserstoffgruppe <2> vorzugsweise eine Isostearylgruppe, eine Anisooleylgruppe oder eine Guerbet-artige Alkylgruppe, und es ist für das Gefühl bevorzugt, dass die Kohlenwasserstoffgruppe <1> eine Oleylgruppe oder eine Erucylgruppe und die Kohlenwasserstoffgruppe <2> eine Isostearylgruppe ist.

[0025] Weiterhin können solche Kohlenwasserstoffgruppen <1> und <2> über eine Estergruppe, eine Ethergruppe oder eine Amidgruppe an eine quaternäre Ammoniumgruppe und/oder eine Aminogruppe in der Komponente (a) oder an eine Anionengruppe in der Komponente (b) gebunden sein. Insbesondere ist sie vorzugsweise eine Gruppe, dargestellt durch R'-T-E'', wobei R' eine Kohlenwasserstoffgruppe, ausgewählt aus den Kohlenwasserstoffgruppen <1> und <2>, ist; T eine Gruppe, ausgewählt aus -COO-, -OCO-, -CONH- und -NHCO-, ist; und R'' eine C₁₋₅-Alkylengruppe ist. Diese Gruppe kann aus R'COOH als Ausgangsmaterial gebildet werden. Es ist für die Wasserabsorptionseigenschaften und das Gefühl wünschenswert, dass die als Ausgangsmaterial verwendete R'COOH eine Fettsäure, ausgewählt aus Ölsäure, Elaidinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Erucinsäure, Brassidinsäure, Isostearinsäure, Isoölsäure und Guerbet-artiger Fettsäure, ist.

[0026] Die Komponente (a) in dieser Ausführungsform ist vorzugsweise eine Verbindung der obigen Formel (2). In der Formel ist R¹ und/oder R² eine Gruppe, ausgewählt aus den Kohlenwasserstoffgruppen <1> und <2>, und wenn R¹ oder R² die Kohlenwasserstoffgruppe <1> oder <2> ist, ist die andere Gruppe ein Wasserstoffatom oder eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe. A, B und C können gleich oder verschieden voneinander sein und stellen jeweils eine Gruppe, ausgewählt aus -N⁺(R³)(R⁴)- und -N(R⁵)-, dar. Hierbei können R³ und R⁴ gleich oder verschieden voneinander sein und eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe darstellen, und R⁵ ist ein Wasserstoffatom oder eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe. P und Q stellen jeweils eine C₁₋₅-Alkylengruppe dar, die durch eine Estergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann und mit einer Hydroxy- oder einer Ethergruppe substituiert sein kann, a ist die Anzahl an -N⁺(R³)(R⁴)-Gruppen in A, B und C. n ist eine Zahl von 1 bis 3, und m ist eine Zahl von 0 bis 2. X⁻ ist ein Anion, vorzugsweise ein Halogenidion, ein Sulfation oder ein C₁₋₃-Alkylsulfation.

[0027] Als Verbindung der Komponente (a) kann die Verbindung, deren Aminogruppe mit einem Säuremittel neutralisiert wurde, ebenfalls verwendet werden. Die Säure für die Neutralisierung ist vorzugsweise Salzsäure, Schwefelsäure, Glykolsäure, Phosphorsäure, Hydroxycarbonsäure und Fettsäure, bevorzugter Salzsäure, Schwefelsäure und Glykolsäure. Dieser Neutralisationsschritt kann vor oder während des Vermischens der Zusammensetzung durchgeführt werden.

[0028] Die Komponente (a) in dieser Ausführungsform ist vorzugsweise eine durch die Formeln (a-I) bis (a-V) dargestellte Verbindung:



wobei R¹ bis R⁵ und X⁻ die gleichen Bedeutungen wie oben aufweisen; R⁶ ein Wasserstoffatom, eine C₁₋₁₂-Alkylgruppe oder eine C₁₋₂₀-Polyoxyethylengruppe mit einem durchschnittlichen Kondensationsgrad von 1 bis 20 ist; Y eine Gruppe, ausgewählt aus -COO-, -OCO-, -CONH-, -NHCO- und -O- ist; und l eine Zahl von 1 bis 5 ist, k eine Zahl von 0 bis 5 ist, und i eine Zahl von 0 oder 1 ist.

[0029] Unter den obigen erfindungsgemässen Verbindungen sind (a-I), (a-III) und (a-V) besonders bevorzugt.

[0030] Die Ausführungsform (3) der erfindungsgemässen Komponente (a) ist eine Verbindung mit mindestens einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe, mindestens einer quaternären Ammoniumgruppe und mindestens einer tertiären Aminogruppe im Molekül (a), wobei das Kationenäquivalent der quaternären Ammoniumgruppe der Komponente (a) zu dem Anionenäquivalent der Komponente (b) 90:10 bis 40:60 beträgt.

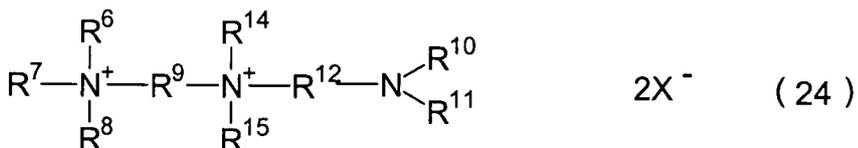
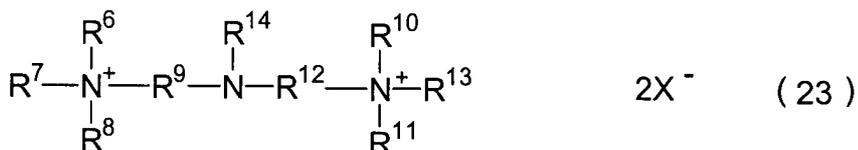
[0031] Hierbei bezieht sich das Kationenäquivalent auf einen Anteil der quaternären Ammoniumgruppe in einem Molekül der Verbindung als Komponente (a) und umfasst nicht Kationengruppen, die aus der Säurechlorinierung der tertiären Aminogruppe resultieren. Das Anionenäquivalent ist der Anteil der Anionengruppen in einem Molekül des anionischen Tensids als Komponente (b).

[0032] Die Komponente (a) in dieser Ausführungsform ist eine Verbindung mit einer oder mehreren, vorzugsweise einer oder zwei, und am bevorzugtesten jeweils einer quaternären Ammoniumgruppe, tertiären Aminogruppe und C₈₋₃₆-Alkyl- oder -Alkenylgruppe, und sie ist eine Hauptkomponente zum Weichmachen.

[0033] Insbesondere ist die Verbindung der obigen Formel (2) bevorzugt. In dieser Formel ist R¹ und/oder R² eine C₈₋₃₆-vorzugsweise C₁₀₋₃₀- und insbesondere bevorzugt C₁₄₋₂₄-Alkyl- oder -Alkenylgruppe, die durch eine Ester- oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die andere Gruppe ist eine C₁₋₅-, vorzugsweise C₁₋₃-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe. A, B und C stellen jeweils eine Gruppe -N⁺(R³)(R⁴)- oder -N(R⁵) dar. Jedoch ist mindestens ein Vertreter von A, B und C -N⁺(R³)(R⁴)- und A, B und C sind nicht gleichzeitig -N⁺(R³)(R⁴)-. Hierbei können R³, R⁴ und R⁵ gleich oder verschieden voneinander sein und eine C₁₋₅-, vorzugsweise C₁₋₃-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe darstellen. P und Q stellen jeweils eine C₁₋₅-Alkylengruppe dar, die durch eine Estergruppe, eine Ethergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann und die mit einer Hydroxygruppe oder einer Ethergruppe substituiert sein kann. a ist die Zahl an -N⁺(R³)(R⁴)-Gruppen in A, B und C. n ist eine Zahl von 1 bis 3, vorzugsweise 1 oder 2, und m ist eine Zahl von 0 bis 2, vorzugsweise 0 oder 1. X⁻ ist ein Anion, vorzugsweise ein Halogenidion, eine C₁₋₃-Alkylsulfation und ein Fettsäureion.

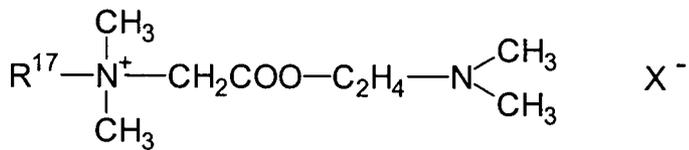
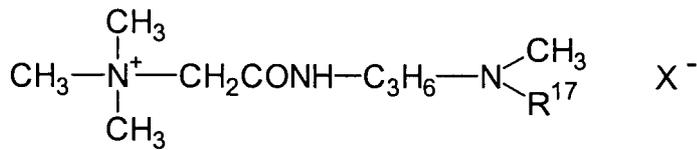
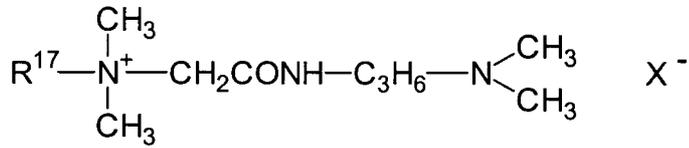
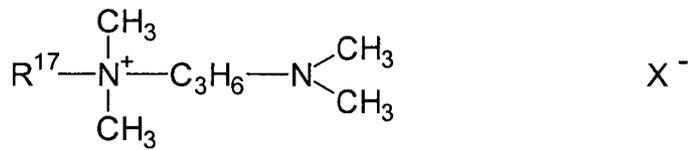
[0034] Als Verbindung der Komponente (a) kann auch die Verbindung, deren tertiäre Aminogruppe mit einem Säuremittel vor Einarbeitung in die Weichmacherzusammensetzung neutralisiert wurde, verwendet werden. Die Säure für die Neutralisierung ist vorzugsweise Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure und Fettsäure, bevorzugter Salzsäure und Schwefelsäure.

[0035] Die Komponente (a) in dieser Ausführungsform ist vorzugsweise eine durch die Formeln (22) bis (24) dargestellte Verbindung:

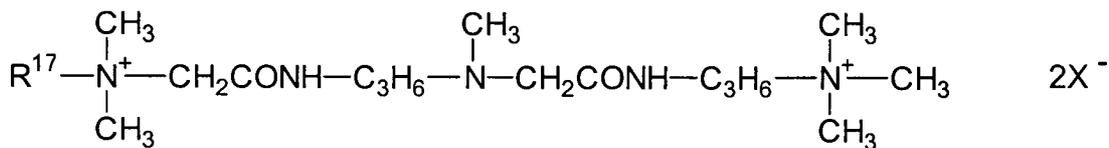
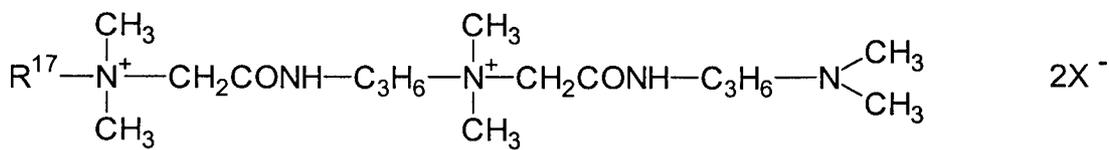
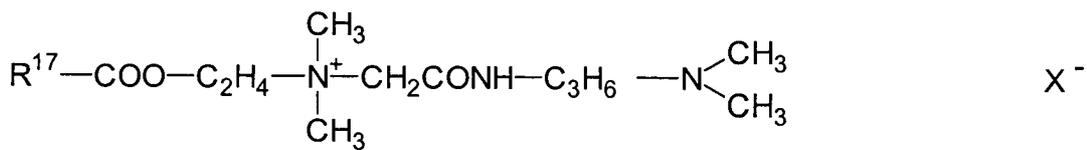
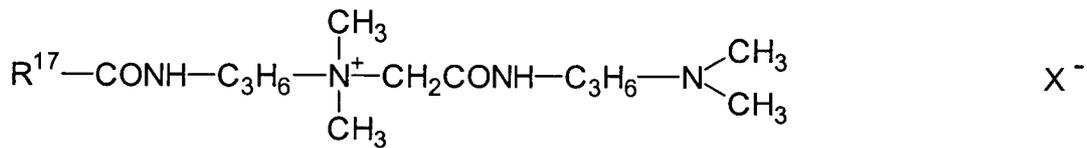


wobei ein Vertreter von R⁶ und R¹⁰ eine C₁₂₋₂₄- vorzugsweise C₁₄₋₂₄-Alkyl- oder -Alkenylgruppe ist, und die andere Gruppe ist eine C₁₋₃-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe; R⁷, R⁸, R¹¹, R¹³, R¹⁴ und R¹⁵ stellen unabhängig voneinander eine C₁₋₃-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe dar; R⁹ und R¹² stellen jeweils eine C₂₋₆- vorzugsweise C₂₋₅-Alkylengruppe dar, die durch -COO-, -OCO-, -CONR¹⁶- oder -NR¹⁶CO-, vorzugsweise durch die oben beschriebene Ester- oder Amidgruppe, unterbrochen sein kann; R¹⁶ stellt ein Wasserstoffatom oder eine C₁₋₃-Alkylgruppe dar; und X⁻ weist die gleiche Bedeutung wie oben auf.

[0036] Insbesondere werden die folgenden Verbindungen erwähnt:



wobei R^{17} eine C_{14-20} -Alkyl- oder -Alkenylgruppe ist und X^- ein Halogenidion ist.



wobei R^{17} eine C_{14-20} -Alkyl- oder -Alkenylgruppe ist, und X^- ein Halogenidion ist.

[0037] Das anionische Tensid als erfindungsgemäße Komponente (b) umfasst Alkylbenzolsulfonsäure, Al-

kylschwefelsäure, Polyoxyalkylenalkyletherschwefelsäure, Olefinsulfonsäure, Alkansulfonsäure, gesättigte oder ungesättigte Fettsäure, Polyoxyalkylenalkyl- oder -alkenylcarbonsäure, α -Sulfofettsäure, α -Sulfofettsäureester und Salze hiervon. Unter diesen Verbindungen ist es bevorzugt, einen oder mehrere Vertreter, ausgewählt aus Alkylschwefelsäuren mit einer Alkylgruppe mit 10 bis 30 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 12 bis 24 Kohlenstoffatomen, und insbesondere bevorzugt 14 bis 24 Kohlenstoffatomen, Polyoxyethylenalkyletherschwefelsäuren mit einer Alkylgruppe mit 10 bis 30 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 12 bis 24 Kohlenstoffatomen, insbesondere bevorzugt 14 bis 24 Kohlenstoffatomen, und mit etwa 1 bis 6, vorzugsweise etwa 1 bis 4, hinzugefügten Ethylenoxidmolekülen, und gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie auch Salze hiervon einzuarbeiten.

[0038] Andere Beispiele umfassen eine Fettsäure, ein Alkyl- oder Alkenylsulfat, ein Alkyl- oder Alkenylsulfonat, ein Alkylbenzolsulfonat, ein Alkyl- oder Alkenylphosphonat, ein α -Olefinsulfonat, ein Polyoxyethylenalkyl- oder -alkenylethersulfat, ein Polyoxyethylenalkyl- oder -alkenyletherphosphonat und einen Methyl- α -sulfofettsäureester, und diese Verbindungen können in Form ihrer entsprechenden organischen oder anorganischen Salze oder Säuren vorliegen. Die Salze umfassen das Natriumsalz, Kaliumsalz, Ammoniumsalz, Alkanolaminsalz usw. Besonders bevorzugte Beispiele umfassen ein Alkylsulfat, ein Polyoxyethylenalkylethersulfat mit etwa 1 bis 6 hinzugefügten Ethylenoxidmolekülen und ein Alkylbenzolsulfonat.

[0039] Die Alkyl- oder Alkenylgruppe in der Komponente (b) ist eine Gruppe, ausgewählt aus den Kohlenwasserstoffgruppen <1> und <2>, oder sie ist eine geradkettige Alkylgruppe mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen und vorzugsweise 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise eine geradkettige Alkylgruppe mit 12 bis 20 Kohlenstoffatomen.

[0040] Das Mischungsverhältnis der Komponente (a) zur Komponente (b) in der erfindungsgemässen Weichmacherzusammensetzung, in bezug auf das Kationenäquivalent der quaternären Ammoniumgruppe der Komponente (a) zu dem Anionenäquivalent der Komponente (b), beträgt 90:10 bis 40:60, vorzugsweise 70:30 bis 50:50. In diesem Bereich kann eine gute Weichheit und ein gutes Gefühl erzielt werden. Es ist für die Produktstabilität und Verwendbarkeit während der Anwendung bevorzugt, dass die erfindungsgemässe Weichmacherzusammensetzung die Komponenten (a) und (b) in einer Gesamtmenge von vorzugsweise 3 bis 40 Gew.-% umfasst, wobei der Rest Wasser und verschiedene später gezeigte Additive sind. Wasser ist in einer Menge von vorzugsweise 40 bis 95 Gew.-%, insbesondere 50 bis 85 Gew.-% enthalten. Weiterhin beträgt der pH-Wert der erfindungsgemässen Weichmacherzusammensetzung bei 25°C vorzugsweise 1 bis 5.

[0041] Erfindungsgemäss wird ein nicht-ionisches Tensid als Komponente (c) eingearbeitet. Das nicht-ionische Tensid ist vorzugsweise ein Polyoxyalkylenalkylether mit einer oder mehreren C_{4-20} -Alkyl- oder Alkenylgruppen, besonders bevorzugt ein nicht-ionisches Tensid, dargestellt durch die Formel (4):

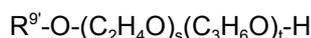


wobei R^g eine Alkyl- oder Alkenylgruppe mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, ist; R^{10} eine Alkylgruppe mit 2 oder 3 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise eine Ethylgruppe ist; p eine durchschnittliche Zahl an hinzugefügten Einheiten ist und eine Zahl von 2 bis 100, vorzugsweise 5 bis 40 oder 5 bis 80, besonders bevorzugt 20 bis 40 oder 10 bis 60 ist; T -O-, -N- oder -CON- darstellt, und wenn T -O- ist, q 1 ist, und wenn T -N- oder -CON- ist, q 2 ist.

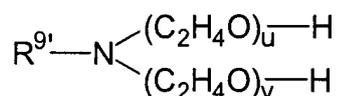
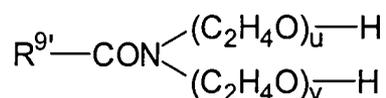
[0042] Beispiele der Verbindungen der Formel (4) umfassen die folgenden Verbindungen:



wobei R^g die gleiche Bedeutung wie oben aufweist, r eine durchschnittliche Zahl an hinzugefügten Einheiten ist und eine Zahl von 8 bis 100, vorzugsweise 0 bis 80 oder 10 bis 60 ist.



wobei R^g die gleiche Bedeutung wie oben aufweist, und s und t durchschnittliche Anzahlen an hinzugefügten Einheiten sind und unabhängig voneinander eine Zahl von 2 bis 40, vorzugsweise 5 bis 40, darstellen, und die Ethylenoxid- und Propylenoxideinheiten statistische oder Blockadditionsprodukte sein können.



wobei R^{9i} die gleichen Bedeutungen aufweist wie oben, und die Summe von u und v eine Zahl von 5 bis 100, vorzugsweise 5 bis 80 oder 10 bis 80, ist.

[0043] Es ist für die Stabilität bevorzugt, dass die Menge des in die Zusammensetzung einzuarbeitenden, obigen, nicht-ionischen Tensids 0,5 bis 10 Gew.-%, insbesondere bevorzugt 1 bis 8 Gew.-% beträgt.

[0044] Weiterhin beträgt das Gewichtsverhältnis der Komponenten (a) und (b) zur Komponente (c), d.h. $((a) + (b))/(c)$, 1:1 bis 200:1, vorzugsweise 2:1 bis 100:1, insbesondere bevorzugt 3:1 bis 50:1.

[0045] Als erfindungsgemässe Komponente (d) können solche Verbindungen verwendet werden, deren δ 20 bis 40, vorzugsweise 21 bis 35, besonders bevorzugt 21 bis 27, beträgt, wie durch die obige Formel (1) bestimmt.

[0046] Weiterhin sind solche Verbindungen mit einem Molekulargewicht von 100 bis 400, vorzugsweise 130 bis 300, insbesondere 150 bis 300, und einer Siedetemperatur von 150°C oder mehr, vorzugsweise 200 bis 350°C, insbesondere 240 bis 350°C, bevorzugt.

[0047] Der erfindungsgemässe δ -Wert ist eine Annäherung an den Löslichkeitsparameter und wird auf den Seiten 78 bis 82 von "Yoeki To Yokaido" (Lösung und Löslichkeit), geschrieben von Kozo Shinoda und am 30. April 1991 von Maruzen Co., Ltd. veröffentlicht, beschrieben.

[0048] Bevorzugte Verbindungen, die dem erfindungsgemässen δ -Wert genügen, umfassen Alkylglycerylether mit einer C_{3-8} -Alkylgruppe, einen Di- oder Triethylenglykolmonophenylether, einen Di- oder Triethylenglykolmonoalkylether mit einer C_{2-8} -Alkylgruppe, 1,6-Hexandiol, 2,5-Hexandiol, 3-Pentanon, Cyclohexanol, 2-Hexanol und 1-Octanol, von denen ein Alkylglycerylether mit einer C_{2-5} -Alkylgruppe, ein Di- oder Triethylenglykolmonoalkylether mit einer C_{2-5} -Alkylgruppe und ein Triethylenglykolmonophenylether besonders bevorzugt sind.

[0049] Wenn die erfindungsgemässe Weichmacherzusammensetzung (d) umfasst, ist die Komponente (a) in einer Menge von 3 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 40 Gew.-%, und insbesondere bevorzugt 5 bis 35 Gew.-% enthalten. Weiterhin ist die Komponente (d) in einer Menge von 0,5 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, und insbesondere 1 bis 10 Gew.-% enthalten. Weiterhin ist die Komponente (b) in einer Menge von 0,5 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 20 Gew.-%, und insbesondere bevorzugt 5 bis 20 Gew.-% enthalten. Weiterhin ist die Komponente (c) in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 8 Gew.-%, und insbesondere bevorzugt 1 bis 5 Gew.-% enthalten.

[0050] Weiterhin beträgt das Gewichtsverhältnis der Komponente (a) zur Komponente (b), d.h. $(a)/(b)$, vorzugsweise 10:1 bis 1:5, besonders bevorzugt 5:1 bis 1:2, um das Gefühl zu verbessern, und das Gewichtsverhältnis der Komponente (b) zur Komponente (a), d.h. $(d)/(a)$ beträgt vorzugsweise 1:10 bis 1:1, besonders bevorzugt 1:5 bis 1:1, um die Gelierung in einem Einfüllfach zu verhindern. Weiterhin beträgt das Gewichtsverhältnis der Komponenten (a) und (b) zur Komponente (c), d.h. $((a) + (b))/(c)$ 1:1 bis 200:1, vorzugsweise 2:1 bis 100:1, besonders bevorzugt 3:1 bis 50:1.

[0051] Die erfindungsgemässe Weichmacherzusammensetzung ist eine Zusammensetzung, umfassend die Komponenten (a) bis (d) und Wasser, und das Wasser ist vorzugsweise frei von ionischen Substanzen, wie z.B. destilliertes Wasser oder entionisiertes Wasser. Für die Lagerungsstabilität umfasst die erfindungsgemässe Weichmacherzusammensetzung Wasser in einer Menge von vorzugsweise 40 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt 50 bis 90 Gew.-%.

[0052] Weiterhin ist es bezüglich der Lagerungsstabilität bevorzugt, dass die erfindungsgemässe Weichmacherzusammensetzung einen pH-Wert von 2 bis 5 bis 20°C, insbesondere bevorzugt 2,5 bis 4, aufweist.

[0053] Zum Zweck der weiteren Verbesserung der Lagerungsstabilität wird in die erfindungsgemäße Weichmacherzusammensetzung vorzugsweise eine Ölkomponente eingearbeitet. Die Ölkomponente ist vorzugsweise eine Esterverbindung zwischen einer Fettsäure mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen oder 8 bis 22 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 10 bis 18 Kohlenstoffatomen, und einem mehrwertigen Alkohol, und besonders bevorzugte Beispiele umfassen Triglycerid, Diglycerid, Monoglyceride und Mono-, Di- oder Triester von Pentaerythritol, wie auch Sorbitanester. Solche Ölkomponenten werden in einer Menge von 0,05 bis 10 Gew.-%, insbesondere 0,1 bis 5 Gew.-%, in die Zusammensetzung eingearbeitet. Alternativ kann ihre Menge 0,1 bis 10 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 5 Gew.-% betragen.

[0054] Für die Lagerungsstabilität wird die erfindungsgemäße Weichmacherzusammensetzung wünschenswerterweise mit anorganischen Salzen, wie z.B. Calciumchlorid usw. in einer Menge von 0 bis 1.000 ppm, vorzugsweise 10 bis 500 ppm, versetzt. Natriumsalze und Kaliumsalze sind in den Tensiden als Fettsäuresalze usw. enthalten, und in die Zusammensetzung durch Verwendung solcher Tenside eingemischte anorganische Salze sind nicht Gegenstand der obigen Beschränkung.

[0055] Die Weichmacherzusammensetzung kann mit Inhaltsstoffen, wie z.B. Silicon, einem Duftstoff und einem Färbemittel, die normalerweise in Weichmacherzusammensetzungen eingearbeitet werden, versetzt sein.

[0056] Für die Lagerungsstabilität ist es erfindungsgemäss auch bevorzugt, ein Lösungsmittel, ausgewählt aus Ethanol, Isopropanol, Glycerin, Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Dipropylenglykol und Polyoxyethylenphenylether, einzuarbeiten. Die Zusammensetzung wird mit diesen Lösungsmittelkomponenten in einer Menge von 0 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 10 Gew.-%, versetzt. Wenn Ethanol verwendet wird, wird Ethanol, modifiziert mit Polyoxyethylenalkylethersulfat, oder Ethanol, modifiziert mit 8-acetylierter Saccharose, bevorzugt verwendet.

[0057] In die erfindungsgemäße Weichmacherzusammensetzung können Siliconverbindungen, wie z.B. Polydimethylsiloxan und Amin-modifiziertes Polydimethylsiloxan, als Gefühlverbesserer in einer Menge von 0,1 bis 5 Gew.-% eingearbeitet werden. Wenn die Zusammensetzung gefärbt werden soll, kann weiterhin ein Färbemittel, wie z.B. ein saurer Farbstoff, ein Direktfarbstoff, ein basischer Farbstoff oder ein Reaktivfarbstoff, ausgewählt aus Azafarbstoff, Anthrachinonfarbstoff, Indigoidfarbstoff, Phthalocyaninfarbstoff, Carboniumfarbstoff, Chinoniminfarbstoff, Methinfarbstoff, Chinolinfarbstoff, Nitrofarbstoff, Nitrosofarbstoff, Benzochinonfarbstoff, Naphthochinonfarbstoff, Naphthalimidfarbstoff, und Perylonfarbstoff, oder Liquitint (eingetragene Marke), ein von Milliken Ltd. hergestellter Farbstoff, in einer Menge von 1 bis 1.000 ppm eingearbeitet werden. Weiterhin können auch Duftstoffe, die normalerweise in Faserbehandlungsmittel eingearbeitet werden, verwendet werden, und z.B. ist eine Kombination der Duftstoffkomponenten, die als Komponenten (c) und (d), beschrieben in JP-A-8-11387, gezeigt werden, bevorzugt. Zudem können ein Entschäumungsmittel, ein mikrobielles Mittel usw. eingearbeitet werden.

[0058] Als eine weitere weichmachende Komponente kann eine kationische weichmachende Komponente mit zwei langkettigen Alkylgruppen, die durch eine Estergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein können, in einer Menge von 1 bis 20 Gew.-% eingearbeitet werden.

[0059] Als lagerungsstabilisierendes Mittel wird vorzugsweise ein nicht-ionisches Tensid, bestehend aus einem primären oder sekundären C₈₋₂₀-Alkohol mit durchschnittlich etwa 5 bis 60 mol zugefügtem Ethylenoxid, in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% eingearbeitet.

[0060] Zudem werden vorzugsweise einwertige oder mehrwertige Alkohole, wie z.B. Ethanol, Propanol, Isopropanol, Ethylenglykol, Diethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Hexylenglykol, Polyethylenglykol, Glycerin, Pentaerythritol und Diglycerin in einer Menge von 0,1 bis 20 Gew.-% eingearbeitet. Weiterhin werden vorzugsweise anorganische Elektrolyte, wie z.B. Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Calciumchlorid, Magnesiumchlorid, Ammoniumchlorid, Natriumsulfat, Kaliumsulfat, Ammoniumsulfat, Natriumnitrat, Kaliumnitrat, Calciumnitrat, Magnesiumnitrat und Ammoniumnitrat, in einer Menge von 0,01 bis 5 Gew.-% eingearbeitet. Diese Alkohole und anorganischen Elektrolyte werden als Basenstabilisatoren und viskositätseinstellende Mittel verwendet.

[0061] Duftstoffe können ebenfalls eingearbeitet werden.

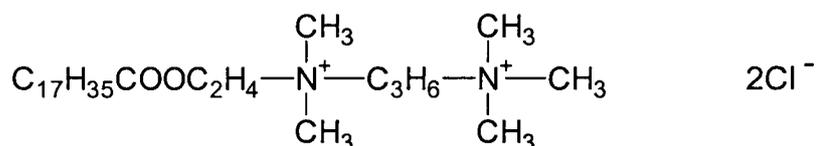
[0062] Die erfindungsgemäße Weichmacherzusammensetzung kann verschiedenen Fasern, insbesondere Baumwolle und Baumwollkleidung, eine bevorzugte Weichheit, Elastizität (flauschiges Gefühl) und ein Gefühl

der Trockenheit mit geringerer Öligkeit verleihen und ist bezüglich des Gefühls (Wasserabsorptionsgefühl) beim Händetrocknen mit Baumwollhandtüchern, die hiermit behandelt wurden, hervorragend. Weiterhin können chemische Fasern mit einer ausreichenden Weichheit ausgestattet werden. Zudem kann eine Entfärbung durch wiederholtes Waschen verhindert werden.

[0063] Im folgenden werden die Synthesebeispiele 1 bis 12 für die in den erfindungsgemässen Beispielen verwendete Komponente (a) beschrieben.

SYNTHESEBEISPIEL 1 – Synthese von (a-1)

(a-1)

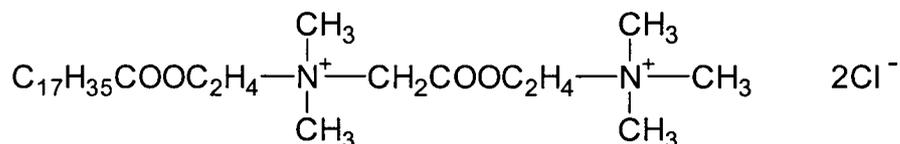


[0064] Methylmonoethanolamin und Acrylnitril wurden in üblicher Weise einer Michael-Additionsreaktion unterworfen, und das Reaktionsprodukt wurde in einen Autoklaven aus rostfreiem Stahl eingebracht, anschliessend wurden Ethanol als Lösungsmittel und Raney-Nickel als Katalysator hinzugegeben. Die Atmosphäre im Autoklaven wurde durch Stickstoff und dann Wasserstoff ausgetauscht, und die Mischung wurde 3 Stunden lang bei einer Temperatur von 110°C und einem Druck von 10 kg/cm² Wasserstoff umgesetzt. Dann wurde eine wässrige Lösung aus Formalin in einer 2,2-fachen molaren Menge, in bezug auf das Amin, in den Autoklaven injiziert, und die Umsetzung wurde für weitere 5 Stunden fortgeführt. Nach dem Kühlen wurde das resultierende Reaktionsprodukt destilliert, wobei N-Hydroxyethyl-N,N',N'-tetramethylpropandiamin erhalten wurde.

[0065] Dann wurden Stearinsäure und N-Hydroxyethyl-N,N',N'-tetramethylpropandiamin nach einem herkömmlichen Veresterungsverfahren verestert, und der resultierende Ester wurde einer Quaternisierungsreaktion mit Methylchlorid unterworfen, wobei die Verbindung (a-1) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 2 – Synthese von (a-2)

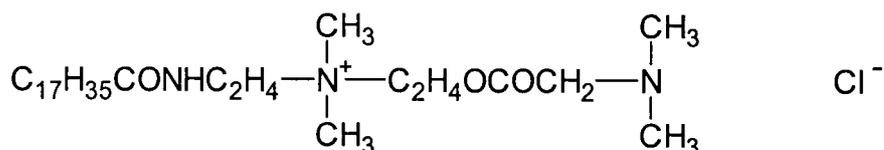
(a-2)



[0066] Das Veresterungsreaktionsprodukt von Dimethylethanolamin und Stearinsäure und das Veresterungsreaktionsprodukt von Cholinchlorid und Monochloressigsäure wurden auf gewöhnliche Weise synthetisiert. Diese zwei Verbindungen wurden jeweils in äquimolaren Mengen in Ethanol gelöst und 6 Stunden unter Rückfluss umgesetzt. Das Ethanol wurde unter reduziertem Druck abdestilliert, und das Reaktionsprodukt wurde auf gewöhnliche Weise gereinigt, wobei die Verbindung (a-2) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 3 – Synthese von (a-3)

(a-3)



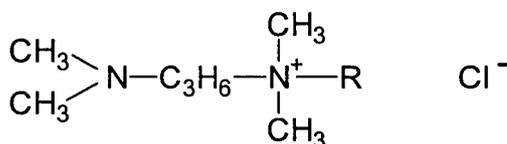
[0067] Die Entwässerungskondensationsreaktion von Stearinsäure und N-Hydroxyethylethylendiamin wurde durchgeführt, und das Reaktionsprodukt wurde hydrolysiert und destilliert, wobei N-Stearoyl-N'-hydroxyethylethylendiamin erhalten wurde. Es wurde in Ethanol gelöst, und 1,1 Äquivalente (in bezug auf das Amin) von Formalin wurden unter Rückfluss hinzugegeben. Dann wurden 1,1 Äquivalente (in bezug auf das Amin) von Ameisensäure hinzugegeben, und die Mischung wurde 5 Stunden lang gealtert. Das Reaktionsprodukt wurde

weiterhin mit Methylchlorid quaternisiert, wobei N-Stearoylaminoethyl-N-hydroxyethyl-N,N-dimethylammoniumchlorid erhalten wurde.

[0068] Diese Verbindung und Dimethylglycin wurden einer gewöhnlichen Veresterungsreaktion unterworfen, wobei die Verbindung (a-3) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 4 – Synthese von (a-4)

(a-4)

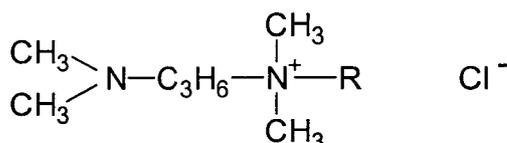


wobei R eine von Talg-Fettsäure abgeleitete Alkylgruppe ist.

[0069] 1-Chloralkan (150 g, 0,52 mol) und N,N,N',N'-Tetramethyl-1,3-propandiamin (68 g, 0,53 mol) wurden mit Ethanol (350,0 g) in einem Kolben gemischt. Nach Rückflusserhitzen der Mischung über 72 Stunden wurde das Ethanol unter reduziertem Druck abdestilliert, und das nicht-umgesetzte Amin wurde entfernt. Der resultierende Feststoff wurde aus Aceton auf gewöhnliche Weise umkristallisiert, wobei N-(3-Dimethylaminopropyl)-N-alkyl-N,N-dimethylammoniumchlorid (180 g, 95 Gew.-% Reinheit) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 5 – Synthese von (a-5)

(a-5)



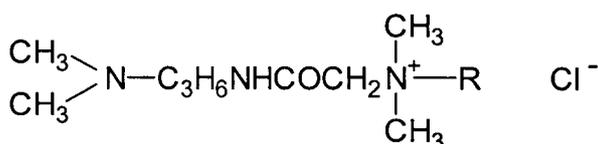
wobei R eine Oleylgruppe ist.

[0070] 1-Chloralkan (150 g, 0,52 mol) und N,N,N',N'-Tetramethyl-1,3-propandiamin (68 g, 0,53 mol) wurden mit Ethanol (350,0 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gemischt.

[0071] Nach 72-stündigem Rückflusserhitzen der Mischung wurde das Ethanol unter reduziertem Druck abdestilliert, und das nicht-umgesetzte Amin wurde entfernt. Der resultierende Feststoff wurde aus Aceton auf gewöhnliche Weise umkristallisiert, wobei N-(3-Dimethylaminopropyl)-N-alkenyl-N,N-dimethylammoniumchlorid (180 g, 95 Gew.-% Reinheit) mit der oben beschriebenen Struktur erhalten wurde:

SYNTHESEBEISPIEL 6 – Synthese von (a-6)

(a-6)



wobei R eine Isostearylgruppe ist.

[0072] N,N-Dimethylalkylamin (179 g, 0,60 mol) und Aceton (238,0 g) wurden in einen 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, eingeführt und dann durch Erhitzen auf 50°C gelöst. Hiernach wurde Isopropylmonochloracetat (99 g, 0,72 mol) bei 20°C über einen Zeitraum von 5 Minuten hinzugetropft, und die Mischung wurde 4 Stunden lang unter Erhitzen auf 60°C umgesetzt. Nach Beendigung der Reaktion wurde die Reaktionslösung auf 20°C abgekühlt, und die resultierenden weissen Kristalle wurden weiterhin aus Aceton auf gewöhnliche Weise umkristallisiert, wobei N-(Isopropoxycarbo-

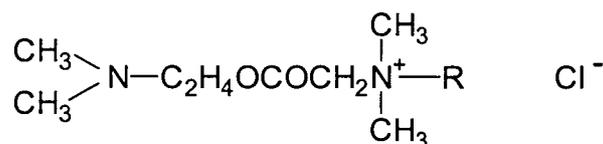
nylmethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (214 g, 0,49 mol) erhalten wurde.

[0073] Das resultierende N-(Isopropoxycarbonylmethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (207 g, 0,48 mol) wurde in 2-Propanol (66 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer und einem Kondensator, gelöst, und N,N-Dimethyl-1,3-propandiamin (59 g, 0,57 mol) wurde hinzugefügt und 5 Stunden lang unter Erhitzen auf 90°C umgesetzt.

[0074] Nach Beendigung der Reaktion wurden überschüssiges N,N-Dimethyl-1,3-propandiamin und 2-Propanol unter reduziertem Druck abdestilliert, wobei eine Lösung von N-(3-Dimethylaminopropylaminocarbonylmethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (218,8 g, 97 Gew.-%) in 2-Propanol erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 7 – Synthese von (a-7)

(a-7)



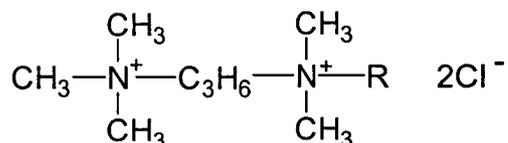
wobei R eine Erucylgruppe ist.

[0075] N,N-Dimethylalkylamin (179 g, 0,60 mol) wurde in Ethanol (300 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gelöst, und Ethylbromacetat (117 g, 0,60 mol) wurde hinzugefügt. Hiernach wurde die Mischung durch Erhitzen unter Ethanolrückfluss umgesetzt, bis das Ausgangsamin im Dünnschichtchromatogramm verschwunden war. Nach Beendigung der Reaktion wurde das Ethanol abdestilliert.

[0076] Dann wurde die Reaktionslösung in einen 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer und einem Kondensator, eingeführt, und dann durch Zugabe von 81,6 g einer wässrigen Lösung, enthaltend 6,5 g KOH, hydrolysiert. Das Verschwinden des quaternären Salzeduktes wurde im HPLC bestätigt, und die Reaktionslösung wurde mit 20%-iger Schwefelsäure neutralisiert. Wasser wurde unter reduziertem Druck abdestilliert, und das gereinigte Salz wurde durch Filtration gesammelt. Dann wurde dieses Salz in 500 ml Dichlormethan gelöst, und 336 g Thionylchlorid wurden bei Raumtemperatur hinzugefügt und unter Rückfluss 1 Stunde lang umgesetzt. Wenn das Lösungsmittel und überschüssiges Thionylchlorid abdestilliert wurden, wurde ein oranger öliger Rest erhalten. Dieser Rest wurde in 800 ml Dimethoxyethan gelöst, und Dimethylethanolamin (69 g, 0,77 mol) wurden hinzugefügt und unter Rückfluss 1 Stunde lang umgesetzt. Nach der Umsetzung wurde die resultierende weisse Ausfällung durch Filtration gesammelt und mehrfach mit Aceton gewaschen, und anschliessend wurde das Aceton mit einem Verdampfer abdestilliert, wobei N-(Acetoxyethyl-dimethylamino)-N-alkyl-N,N-dimethylammoniumchlorid-hydrochlorid (152 g, 92 Gew.-% Reinheit) als weisses Pulver erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 8 – Synthese von (a-8)

(a-8)



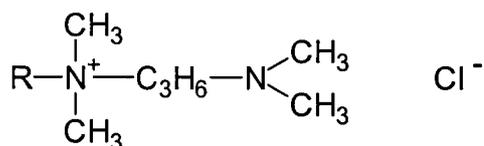
wobei R eine Isostearylgruppe ist.

[0077] Alkylamin (142 g, 0,5 mol) wurde in Ethanol (250 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gelöst, und 29,2 g Acrylnitril wurden in etwa 1 Stunde unter Rückfluss hinzugefügt, gefolgt von 3-stündigem Altern. Aus der Reaktionslösung wurden das Ethanol und nicht-umgesetztes Acrylnitril durch einen Verdampfer entfernt. Dann wurden 1 Gew.-% (in bezug auf das Amin) Raney-Nickel, 150 g des obigen Reaktionsprodukts und 150 g Wasser/IPA (Volumenverhältnis: 50:50) in einen Autoklaven (aus rostfreiem Stahl) eingebracht, und nach Austauschen der Atmosphäre im Autoklaven durch N₂ und dann durch H₂ wurde die Mischung bei einer Temperatur von 110°C bei einem Druck

von 10 kg/cm² H₂ 6 Stunden lang umgesetzt. Nach dem Abkühlen wurde das Wasser/IPA mit einem Verdampfer abdestilliert, und das Reaktionsprodukt wurde destilliert, wobei N-Alkylethylendiamin erhalten wurde. Dann wurden 50 g (0,1531 mol) dieser Verbindung, 500 g Ethanol/Wasser (Volumenverhältnis: 90:10) und 56,8 g wasserfreie Sodaasche in einen Autoklaven eingebracht, und 42,5 g Methylchlorid wurden in den Autoklaven bei 80°C injiziert. Nach der Injektion wurde die Reaktionslösung bei 80°C 6 Stunden lang gealtert und dann abgekühlt, und das anorganische Salz wurde abfiltriert, und das Lösungsmittel wurde unter reduziertem Druck abdestilliert. Die resultierende Verbindung wurde mehrfach mit Aceton gewaschen, und das Aceton wurde mit einem Verdampfer abdestilliert, wobei die Titelverbindung (Reinheit: 96 Gew.-%) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 9 – Synthese von (a-11)

(a-11)

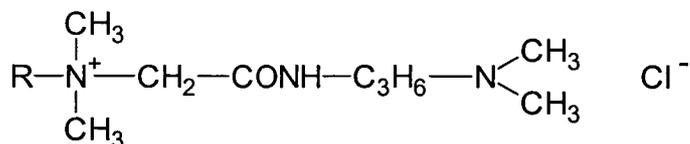


wobei R eine gemischte C₁₆- und C₁₈-Alkylgruppe ist.

[0078] 1-Chloralkan (150 g, 0,52 mol) als C₁₆/C₁₈-Mischung in einem Gewichtsverhältnis von 60:40 und N,N,N',N'-Tetramethyl-1,3-propandiamin (68 g, 0,53 mol) wurden mit Ethanol (350,0 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gemischt. Nach 72-stündigem Rückflusserhitzen der Mischung wurde das Ethanol unter reduziertem Druck abdestilliert, und das nicht-umgesetzte Amin wurde entfernt. Der resultierende Feststoff wurde auf gewöhnliche Weise aus Aceton umkristallisiert, wobei N-(3-Dimethylaminopropyl)-N-alkyl-N,N-dimethylammoniumchlorid (180 g, 95 Gew.-% Reinheit), oben gezeigt, erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 10 – Synthese von (a-12)

(a-12)

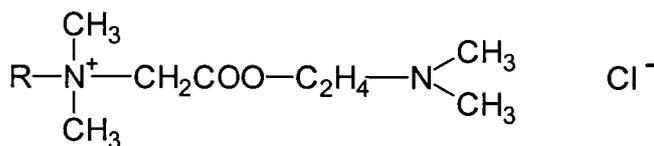


wobei R eine C₁₆- oder C₁₈-Alkylgruppe ist.

[0079] N,N-Dimethylalkylamin (179 g, 0,60 mol) (C₁₆- und C₁₈-Alkylamin, d.h. eine Mischung von geradkettigem C₁₆-Alkylamin/geradkettigem C₁₈-Alkylamin in einem Gewichtsverhältnis von 60:40) und Aceton (238,0 g) wurden in einen 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, eingebracht, und die Mischung wurde durch Erhitzen auf 50°C gelöst. Hiernach wurde Isopropylmonochloracetat (99 g, 0,72 mol) bei 20°C über einen Zeitraum von 5 Minuten hinzugegossen und 4 Stunden lang unter Erhitzen auf 60°C umgesetzt. Nach Beendigung der Umsetzung wurde die Reaktionslösung auf 20°C abgekühlt, und die resultierenden weissen Kristalle wurden auf gewöhnliche Weise aus Aceton umkristallisiert, wobei N-(Isopropoxycarboxymethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (214 g, 0,49 mol) erhalten wurde. Das resultierende N-(Isopropoxycarboxymethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (207 g, 0,48 mol) wurde in 2-Propanol (66 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer und einem Kondensator, gelöst und N,N-Dimethyl-1,3-propandiamin (59 g, 0,57 mol) wurde hinzugefügt und 5 Stunden unter Erhitzen auf 90°C umgesetzt. Nach Beendigung der Reaktion wurde überschüssiges N,N-Dimethyl-1,3-propandiamin und 2-Propanol unter reduziertem Druck abdestilliert, wodurch eine Lösung von N-(3-Dimethylaminopropylaminocarboxymethyl)-N,N-dimethylalkylammoniumchlorid (218,8 g, 97 Gew.-% Reinheit), oben gezeigt, in 2-Propanol erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 11 – Synthese von (a-13)

(a-13)



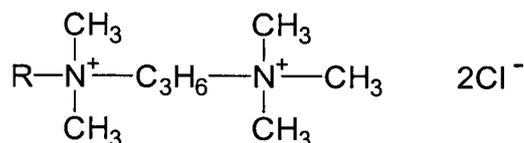
wobei R eine C₁₆- oder C₁₈-Alkylgruppe ist.

[0080] N,N-Dimethylalkylamin (179 g, 0,60 mol) wurde in Ethanol (300 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gelöst, und Ethylbromacetat (117 g, 0,60 mol) wurde hinzugegossen. Hiernach wurde die Mischung erhitzt und unter Ethanolrückfluss umgesetzt, bis das Ausgangsamin im Dünnschichtchromatogramm verschwand. Nach Beendigung der Reaktion wurde das Ethanol abdestilliert.

[0081] Dann wurde die Reaktionslösung in einen 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer und einem Kondensator, eingebracht und dann durch Zugabe von 81,6 g einer wässrigen Lösung, enthaltend 6,5 g KOH, hydrolysiert. Das Verschwinden des quaternären Salzeduktes wurde im HPLC bestätigt, und die Reaktionslösung wurde mit 20%-iger Schwefelsäure neutralisiert. Das Wasser wurde unter reduziertem Druck abdestilliert und das gereinigte Salz durch Filtration gesammelt. Dann wurde dieses Salz in 500 ml Dichlormethan gelöst, und 335 g Thionylchlorid wurden bei Raumtemperatur hinzugegossen und unter Rückfluss 1 Stunde lang umgesetzt. Wenn das Lösungsmittel und überschüssiges Thionylchlorid abdestilliert wurden, wurde ein oranger öliger Rest erhalten. Dieses Produkt wurde in 800 ml Dimethoxyethan gelöst, und Dimethylethanamin (69 g, 0,77 mol) wurde hinzugefügt und unter Rückfluss 1 Stunde lang umgesetzt. Nach der Umsetzung wurde die resultierende weisse Ausfällung durch Filtration aufgesammelt und mehrfach mit Aceton gewaschen, und anschliessend wurde das Aceton mit einem Verdampfer abdestilliert, wobei die Titelverbindung N-(Acetoxyethyltrimethylamino)-N-alkyl-N,N-dimethylammoniumchlorid-hydrochlorid (152 g, 92 Gew.-% Reinheit) als weisses Pulver erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 12 – Synthese von (a-14)

(a-14)



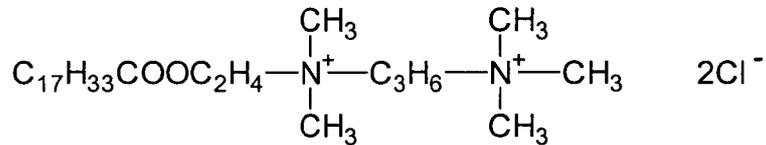
wobei R eine C₁₆- oder C₁₈-Alkylgruppe ist.

[0082] Alkylmethylamin (142 g, 0,5 mol) (C₁₆- und C₁₈-Alkylamin) wurde in Ethanol (250 g) in einem 1 l-Vierhalskolben, ausgestattet mit einem Thermometer, einem Tropftrichter und einem Kondensator, gelöst, und 2,2 g Acrylnitril wurden in etwa 1 Stunde unter Rückfluss hinzugegossen und 3 Stunden lang gealtert. Aus der Reaktionslösung wurden das Ethanol und nicht-umgesetztes Acrylnitril durch einen Verdampfer entfernt. Dann wurden 1 Gew.-% (in bezug auf das Amin) Raney-Nickel, 150 g des obigen Reaktionsproduktes und 150 g Wasser/IPA (50:50 Vol.) in einen Autoklaven (aus rostfreiem Stahl) eingebracht, und nach Austauschen der Atmosphäre in dem Autoklaven durch N₂ und dann durch H₂ wurde die Mischung bei einer Temperatur von 110°C bei einem Druck von 0,98 MPa H₂ 6 Stunden lang umgesetzt. Nach dem Kühlen wurde das Wasser/IPA mit einem Verdampfer abdestilliert, und das Reaktionsprodukt wurde destilliert, wobei N-Alkylpropylendiamin erhalten wurde. Dann wurden 50 g (0,1531 mol) dieser Verbindung, 500 g Ethanol/Wasser (90:10 Vol.) und 56,8 g wasserfreie Sodaasche in einen Autoklaven eingebracht und 42,5 g Methylchlorid wurden in den Autoklaven bei 80°C injiziert. Nach der Injektion wurde die Reaktionslösung bei 80°C 6 Stunden lang gealtert und dann abgekühlt, und das anorganische Salz wurde abfiltriert, und das Lösungsmittel wurde unter reduziertem Druck abdestilliert. Die resultierende Verbindung wurde mehrfach mit Aceton gewaschen, und das Aceton wurde mit einem Verdampfer abdestilliert, wobei die Titelverbindung (Reinheit: 96 Gew.-%) erhalten wurde.

SYNTHESEBEISPIEL 13

[0083] Verbindung (a-15) wurde in der gleichen Weise wie in Synthesebeispiel 1 erhalten, nur dass Ölsäure anstelle von Stearinsäure verwendet wurde.

(a-15)

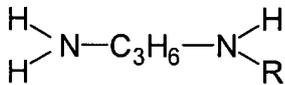


[0084] Hiernach werden die Beispiele der erfindungsgemässen Zusammensetzung beschrieben.

BEISPIEL 1

[0085] Die obigen Verbindungen (a-1) bis (a-4) und die folgenden Verbindungen wurden verwendet, um die Weichmacherzusammensetzungen in Tabelle 1 herzustellen.

(a-9): Alkylaminopropylamin mit der folgenden Struktur (Diamin RRT, hergestellt von Kao Corporation)



wobei R eine Cetylgruppe/Stearylgruppe/(Oleylgruppe + Elaidylgruppe) = 31:22:47 ist (Gewichtsverhältnis)

(a-10): die gleiche Verbindung wie (a-8), nur dass R eine von hydrierter Talg-Fettsäure abgeleitete Alkylgruppe ist

(a'-1): Dioleldimethylammoniumchlorid

(b-1): Natriumstearylsulfat

(b-2): Natriumpolyoxyethylen (durchschnittliche Anzahl an hinzugefügten Ethylenoxideinheiten: 2,5)-stearylethersulfat

(b-3): Natriumstearat

(b-4): Natriumoctadecylsulfonat

(b-5): Natriumisostearat

(b-6): Natriumoctadecylcarboxylat

(c-1): eine Verbindung mit etwa 21 hinzugefügten Ethylenoxideinheiten zu einem gesättigten C₁₂-Alkohol

(c-2): eine Verbindung mit 20 zu den Diethanolamid von Laurinsäure hinzugefügten Ethylenoxideinheiten

(d-1): C₈H₁₇OCH₂CH(OH)CH₂OH (δ = 21,96)

(d-2): C₅H₁₁OCH₂CH(OH)CH₂OH (δ = 23,27)

(d-3): 1,6-Hexandiol (δ = 27,23)

(d-4): Triethylenglykolmonophenylether (δ = 20,92)

(e-1): eine Mischung aus Glycerylmono-, -di- und -tristearaten (mono:di:tri = 60:35:5)

(f-1): Calciumchlorid

(f-2): Färbemittel (Acid Blue 9)

(f-3): Duftstoff

[0086] Die jeweiligen, oben hergestellten Zusammensetzungen wurden in der folgenden Weise getestet.

Verfahren zum Weichmachen:

[0087] 5 Badehandtücher (100% Baumwolle) wurden unter Verwendung eines im Handel erhältlichen, schwach alkalischen Waschmittels (Attack®, Kao Corporation) in einer Waschmaschine gewaschen (Zwei-Behältersystem-Waschmaschine VH-360S1, hergestellt von Toshiba Corp.; Waschmittelkonzentration: 0,0667 Gew.-%; 30 l Leitungswasser wurden verwendet; Wassertemperatur: 20°C; 10 Minuten). Hiernach wurde die Wäsche entladen, und die Handtücher wurden 1 Minute lang entwässert. Nachdem 30 l Leitungswasser in einen Behälter gegossen worden waren, wurden die Handtücher 5 Minuten lang gespült, das Wasser wurde entladen und die Handtücher wurden 1 Minute lang entwässert. Dann wurden 30 l Leitungswasser wiederum in den Behälter gegossen, und 7 g einer Zusammensetzung nach Tabelle 1 wurden hinzugefügt und 5 Minuten gerührt. Dann wurden die Handtücher entwässert und luftgetrocknet.

Bewertung des Gefühls:

[0088] Das Gefühl der so behandelten Badehandtücher wurde unter Verwendung der folgenden Kriterien durch 10 Testpersonen (5 Männer in den 30igern und 5 Frauen in den 20igern) bewertet, um einen Durchschnittswert zu bestimmen. O wurde einem Durchschnittswert von weniger als 1, Δ einem Durchschnittswert von 1 oder mehr bis weniger als 1,5 und × wurde einem Durchschnittswert von 1,5 oder mehr zugewiesen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 gezeigt.

leichtes Gefühl ohne Öligkeit:	0
leichtes Gefühl mit leichter Öligkeit:	1
öliges Gefühl	2
sehr öliges Gefühl:	3

Bewertung der Gelierungsverhindernden Wirkung:

[0089] Ein 100 ml-Polypropylenbecher, hergestellt von Sansho Ltd., wurde gewogen, und 10 ml Weichmacherzusammensetzung aus Tabelle 1 wurden hierin eingebracht, und dann wurde das Becherglas auf den Kopf gestellt 12 Stunden lang stehen gelassen. 10 ml zusätzliche Weichmacherzusammensetzung wurden eingebracht, und das Becherglas wurde 12 Stunden lang auf dem Kopf stehen gelassen. Durch Stehenlassen des Becherglases auf dem Kopf wurde die Weichmacherzusammensetzung aus dem Becherglas entladen, aber eine bestimmte Menge der Weichmacherzusammensetzung verblieb durch Anhaften an der Wandoberfläche des Becherglases. Dies wurde 5 mal wiederholt, und das Becherglas wurde nach dem letzten Vorgang abgewogen. Eine Erhöhung des Gewichts des Becherglases wurde durch die folgende Gleichung bestimmt. Eine geringere Erhöhung des Gewichts zeigt eine höhere Gelierinhibierung an.

Gewichtserhöhung = $(\text{Endgewicht des Becherglases}^* - \text{Anfangsgewicht des Becherglases}) / \text{Anfangsgewicht des Becherglases} \times 100 (\%)$

*Endgewicht des Becherglases ist das Gewicht nach dem letzten Vorgang.

Verfahren zum Weichmachen:

[0090] Die Zusammensetzungen und ihre Testergebnisse sind in Tabelle 1 gezeigt. Das Wasser umfasste einen pH-Regulator und entionisiertes Wasser. Der pH ist ein Wert bei 20°C.

TABELLE 1

		Erfindung					Vergleich				
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	
*	**	a-1	15				15	15			
		a-2		15			5		15		
		a-3			15						
		a-4				15					
		a'-1								15	15
		b-1	10				10	10			
		b-2		10							
		b-3			10	10					10
		c-1	2		2		2			2	2
		c-2		2		2			2		
		d-1	5				1				
		d-2		5					5		
		d-3			5					5	5
		d-4				5					
		e-1	1	1	1	1	1		1	1	1
		f-1	100 ppm								
		f-2	10 ppm								
		f-3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Was- ser	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest		
ge- samt	100	100	100	100	100	100	100	100	100		
pH		2,5	3,5	4,5	3,5	2,5	2,5	3,5	4,5	4,5	

* Weichmacherzusammensetzung

** Komponente (Gew.-%)

	Erfindung					Vergleich			
	1	2	3	4	5	1	2	3	4
Gefühl beim Anfassen	○	○	○	○	○	Δ	Δ	×	Δ
Gelierungs- verhindernde Wirkung (%)	10	12	9	10	10	26	18	20	22

BEISPIEL 2

[0091] Unter Verwendung der Komponenten (a-5) bis (a-10), (b-1), (b-4) und (b-5), wie oben beschrieben, und der hiernach beschriebenen Komponenten wurden die Weichmacherzusammensetzungen aus Tabelle 1 her-

gestellt und getestet.

Herstellung der Zusammensetzungen:

[0092] 2,5 Gew.-% eines nicht-ionischen Tensids (Komponente (c)) mit Laurylalkohol mit etwa 20 Molekülen an zugefügtem Ethylenoxid (Kalcol 2098, hergestellt von Kao Corporation) und 3,0 Gew.-% Ethylenglykol (Komponente (d), $\delta = 37,9$) wurden zu Wasser bei 65°C hinzugefügt, und die Komponenten (a) und (b) aus Tabelle 1 wurden unter Rühren mit Rührblättern hierzu hinzugefügt. Hiernach wurden 10 ppm Färbemittel (Acid Blue 9), 0,3 Gew.-% eines Duftstoffes (d.h. eine Mischung aus Hexylzimaldehyd (18), Nerolin yarayara (4), Tricyclodecenylnacetat (4), Benzylacetat (10), Moschusketon (5), Anisylacetone (2), Sandal mysolcore (2), Aldehyd C14-Pfirsich (1), Linalool (18), Dihydroxymyrcenol (8), Borneol (4), Cedrol (4), Mugoal (5), Benzylalkohol (5) und Dipropylenglykol (10); die Gew.-% in dem Duftstoff sind in Klammern angegeben) und 0,1 Gew.-% Silicon (TSA730, hergestellt von J. E. Toshiba Silicone Ltd.) hinzugefügt. Jede Mischung wurde mit Salzsäure oder Natriumhydroxid auf einen vorbestimmten pH-Wert eingestellt und dann abgekühlt, wobei jede der erwünschten Zusammensetzungen erhalten wurde. Die resultierenden Zusammensetzungen wurden in der folgenden Weise bewertet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 gezeigt.

Behandlungsverfahren:

[0093] 1 kg von im Handel erhältlichen Baumwollhandtüchern und 0,5 kg Strickkleidung aus Acrylatfasern wurden 5 mal wiederholt mit einem im Handel erhältlichen Waschmittel Attack® (Kao Corporation) in hartem Wasser von 3,5°DH bei 20°C in einer Waschmaschine mit einem Füllvermögen von 30 l gewaschen. Dann wurden 7 g der in Tabelle 2 gezeigten Weichmacherzusammensetzung (der Rest war Wasser) hierzu zum Zeitpunkt des letzten Spülens eingebracht, und anschliessend wurden die Handtücher und die Jerseykleidung 3 Minuten lang gerührt. Die Baumwollhandtücher und die Strickkleidung aus Acrylatfasern, die in dieser Weise behandelt worden waren, wurden bei Raumtemperatur an der Luft getrocknet und dann in einer Kammer mit konstanter Temperatur und Feuchtigkeit bei 25°C unter 45% Luftfeuchtigkeit 24 Stunden lang stehen gelassen.

Bewertungsverfahren:

[0094] Die Weichheit und Öligkeit der resultierenden Kleidung wurde in einer Kammer mit konstanter Temperatur und Feuchtigkeit bei 25°C unter 45% Luftfeuchtigkeit durch einen paarweisen Vergleichstest unter Verwendung von mit 7 g der Weichmacherzusammensetzung behandelter Kleidung, enthaltend 15 Gew.-% dihydriertes Talgalkyldimethylammoniumchlorid (Rest Wasser) als Kontrolle bewertet. Zudem wurden die Wasserabsorptionseigenschaften der erhaltenen Kleidung in der gleichen Weise wie oben ebenfalls in einem paarweisen Vergleichstest durch Reiben der Hände mit der Kleidung bewertet. Die Bewertung wurde durch 10 Prüfer durchgeführt, und die Bewertungsergebnisse wurden gemittelt und gemäss den folgenden Kriterien eingeordnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 gezeigt.

Kriterien für die Bewertung der Weichheit:

- +2: weicher als die Kontrolle
- +1: etwas weicher als die Kontrolle
- 0: wie die Kontrolle
- 1: etwas härter als die Kontrolle
- 2: härter als die Kontrolle

Kriterien für die Bewertung der Öligkeit:

- +2: weniger ölig als die Kontrolle
- +1: etwas weniger ölig als die Kontrolle
- 0: wie die Kontrolle
- 1: etwas ölig als die Kontrolle
- 2: ölig als die Kontrolle

Kriterien für die Bewertung der Wasserabsorptionseigenschaften:

- +2: bessere Wasserabsorptionseigenschaften als die Kontrolle
 +1: etwas bessere Wasserabsorptionseigenschaften als die Kontrolle
 0: wie die Kontrolle
 -1: etwas schlechtere Wasserabsorptionseigenschaften als die Kontrolle
 -2: schlechtere Wasserabsorptionseigenschaften als die Kontrolle

Durchschnittsbildung:

- ⊙: um 1,0 bis 2,0 höher als der Mittelwert
 Δ: Mittelwert
 x: bis zu 1,0 niedriger als der Mittelwert
 xx: um 1,0 bis 2,0 niedriger als der Mittelwert

[0095] Die Zusammensetzungen und ihre Testergebnisse sind in Tabelle 2 gezeigt.

TABELLE 2

	Komponente (a)		Komponente (b)		(a) / (b) Molver- hältnis	pH (25°C)	Baumwollhandtuch			
	Art	Gew. %	Art	Gew. %			Weich- heit	Ölig- keit	Wasser- absorp- tions- gefühl	
Erf.	1	a-5	11	b-1	9	54/46	3,5	Δ	⊙	⊙
	2	a-5	14	b-1	6	69/31	2,5	Δ	⊙	⊙
	3	a-5	14	b-4	6	68/32	2,5	Δ	⊙	⊙
	4	a-5	14	b-5	6	65/35	2,5	Δ	⊙	⊙
	5	a-6	14	b-1	6	65/35	2,5	Δ	⊙	⊙
	6	a-7	14	b-1	6	63/37	2,5	Δ	⊙	⊙
	7	a-8	14	b-1	6	65/35	4,0	Δ	⊙	⊙
	8	a-9	15	b-1	5	62/38*	2,5	Δ	⊙	⊙
	9	a-10	14	b-5	6	61/39	4,0	Δ	⊙	⊙
	10	a-15	17	b-1	3	79/21	4,0	Δ	⊙	⊙
	11	a-10	14	b-1	6	61/39	4,5	Δ	⊙	⊙
Vgl.	1	a-5	19	b-1	1	95/5	2,5	x	⊙	⊙
	2	a-5	6	b-1	14	29/71	2,5	xx	⊙	⊙
	3	a-5	20	---	--	100/0	2,5	x	⊙	⊙

* Das Molverhältnis (a)/(b) der Erfindung Nr. 8 ist ein Molverhältnis der Verbindung mit einer ungesättigten Kohlenwasserstoffgruppe von (a-9) zu (b-1)

BEISPIEL 3

Herstellung der Weichmacherzusammensetzungen:

[0096] Jede der Verbindungen (a-11) bis (a-14), synthetisiert durch das oben beschriebene Verfahren, und ein anionisches Tensid, ausgewählt aus (b-1), (b-4) und (b-6), wurden in den in Tabelle 3 gezeigten Verhältnissen gemischt, und weiterhin wurden 1 Gew.-% Ethanol (Komponente (d), $\delta = 32,1$), 2 Gew.-% Ethylenglykol (Komponente (d), $\delta = 37,9$), 0,1 Gew.-% Natriumchlorid, 0,001 Gew.-% eines Farbstoffs (Acid Blue 112), 0,02

Gew.-% einer Siliconverbindung [KST104 (Polydimethylsiloxan), hergestellt von J. E. Toshiba Silicone] und 2 Gew.-% Polyoxyethylenlaurylether (Komponente (c-1) mit etwa 21 Molekülen Ethylenoxid) hinzugefügt und mit Salzsäure auf den jeweils in Tabelle 3 gezeigten pH eingestellt. Der Rest war Wasser.

Behandlungsverfahren:

[0097] 2 kg von im Handel erhältlichen Baumwollhandtüchern und 1 kg Strickkleidung aus Acrylatfasern wurden 5 mal wiederholt mit einem im Handel erhältlichen Waschmittel, Attack® (Kao Corporation) in hartem Wasser von 3,5°DH in einer Waschmaschine mit einem Füllvermögen von 30 l gewaschen. Dann wurden 20 g der in Tabelle 3 gezeigten Weichmacherzusammensetzung hierzu zum Zeitpunkt des letzten Spülens hinzugegeben, anschliessend wurden die Handtücher und die Strickkleidung bei 20°C 3 Minuten gerührt. Separat wurden 1,0 kg von im Handel erhältlichen, dunkelblauen Polohemden (Material: Baumwolle) und 3 kg gewichtsregulierte Kleidung (Baumwolle/künstliche Fasern = 3:21 mit einem im Handel erhältlichen Waschmittel Attack® (Kao Corporation) in hartem Wasser von 3,5°DH in einer Waschmaschine mit einem Füllvermögen von 30 l gewaschen, und 20 g einer in Tabelle 3 gezeigten Weichmacherzusammensetzung wurde hierzu zum Zeitpunkt des letzten Spülens hinzugefügt, und anschliessend wurden das Hemd und die Kleidung unter Rühren bei 20°C 3 Minuten lang behandelt. Dieser Vorgang wurde 10 mal wiederholt.

Bewertungsverfahren:

[0098] Die Baumwollhandtücher und die Strickkleidung aus Acrylatfasern, behandelt durch das oben beschriebene Verfahren, wurden an Luft getrocknet und dann in eine Kammer bei konstanter Temperatur und Feuchtigkeit bei 25°C unter 45% Luftfeuchtigkeit 24 Stunden lang belassen. Dann wurden die Weichheit und die Öligkeit der resultierenden Kleidung durch einen paarweisen Vergleichstest unter Verwendung der folgenden Kriterien, unter denen Kleidung mit 20 g der Weichmacherzusammensetzung, vermischt mit 15 Gew.-% Dialkyl (C₁₆- und C₁₈-Alkylgruppe)dimethylammoniumdichlorid anstelle von (a-11) bis (a-14) und nicht vermischt mit Komponente (b), als Kontrolle bewertet. Die Kleidung wurde durch eine Gruppe von 10 Personen bewertet, um einen Durchschnittswert zu bestimmen.

- +2: weicher oder weniger ölig als die Kontrolle
- +1: etwas weicher oder etwas weniger ölig als die Kontrolle
- 0: wie die Kontrolle
- 1: etwas härter oder etwas ölig als die Kontrolle
- 2: härter oder ölig als die Kontrolle
- ⊙: der Durchschnittswert beträgt +1,0 oder mehr
- O: der Durchschnittswert beträgt 0 bis weniger als +1,0
- Δ: der Durchschnittswert beträgt 0
- : der Durchschnittswert beträgt -1,0 bis weniger als 0
- x: der Durchschnittswert beträgt weniger als -1,0.

[0099] Das in dem oben beschriebenen Verfahren behandelte dunkelblaue Polohemd wurde an der Luft bei Raumtemperatur getrocknet und dann in einer Kammer bei konstanter Temperatur und Feuchtigkeit von 25°C unter 45% Luftfeuchtigkeit 24 Stunden lang belassen. Dann wurde die Entfärbung des resultierenden Polohemdes in einem paarweisen Vergleichstest unter den folgenden Kriterien bewertet, wobei mit 20 g Weichmacherzusammensetzung, vermischt mit 15 Gew.-% Dialkyl (C₁₆- und C₁₈-Alkylgruppe)dimethylammoniumchlorid anstelle von (a-1) bis (a-4) und nicht vermischt mit Komponente (b), als Kontrolle verwendet wurde. Das Polohemd wurde durch 10 Testpersonen bewertet, wobei ein Durchschnittswert bestimmt wurde.

- +2: weniger entfärbt als die Kontrolle
- +1: etwas weniger entfärbt als die Kontrolle
- 0: wie die Kontrolle
- 1: etwas entfärbter als die Kontrolle
- 2: entfärbter als die Kontrolle
- ⊙: der Durchschnittswert beträgt +1,0 oder mehr
- O: der Durchschnittswert beträgt 0 bis weniger als +1,0
- Δ: der Durchschnittswert beträgt 0
- : der Durchschnittswert beträgt -1,0 bis weniger als 0
- x: der Durchschnittswert beträgt weniger als -1,0.

[0100] Die Zusammensetzungen und ihre Testergebnisse sind in Tabelle 3 gezeigt. In Tabelle 3: * das Äquivalenzverhältnis von (a)/(b) ist das Kationenäquivalent der quaternären Ammoniumgruppe der Komponente

(a) zu dem Anionenäquivalent der Komponente (b). ** pH ist ein Wert bei 25°C der Weichmacherzusammensetzung, eingestellt mit einer Salzsäurelösung.

TABELLE 3

	Komponente (a)		Komponente (b)		(a)/(b) Molverhältnis	pH**	Baumwollhandtuch		Acrylkleidung	Polohemd
	Art	Gew. %	Art	Gew. %			Weichmacherfunktion	Öligkeit		
Erf.	1	a-11	12	b-1	8	2,5	○	⊙	○	⊙
	2	a-11	12	b-4	8	3,0	○	⊙	○	⊙
	3	a-11	12	b-6	8	3,5	○	⊙	○	⊙
	4	a-12	12	b-1	8	2,5	○	⊙	○	⊙
	5	a-13	12	b-1	8	3,0	○	⊙	○	⊙
	6	a-11	16	b-1	4	78/22	△	⊙	○	⊙
Vgl.	1	a-11	19	b-1	1	2,5	□	⊙	□	○
	2	a-11	6	b-1	14	27/73	x	⊙	x	△
	3	a-11	20	---	---	100/0	□	⊙	□	○
	4	a-11	12	b-1	0,6	94/6	□	⊙	□	△

Patentansprüche

1. Weichmacherzusammensetzung, die eine Verbindung mit einer oder mehreren C_{8-36} -Kohlenwasserstoffgruppen und zwei oder mehreren Gruppen, ausgewählt aus einer Aminogruppe und einer quaternären Ammoniumgruppe im Molekül (Komponente (a)), ein anionisches Tensid mit einer C_{8-36} -Kohlenwasserstoffgruppe (Komponente (b)) und ein nicht-ionisches Tensid (Komponente (c)) umfasst, wobei das molare Verhältnis der Komponente (a) zur Komponente (b) 90:10 bis 50:50 beträgt.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Komponente (a) und/oder die Komponente (b) mindestens eine Kohlenwasserstoffgruppe aufweist, ausgewählt aus:

- (1) einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe mit einer oder mehreren ungesättigten Bindungen, und
 (2) einer verzweigten C₈₋₃₆-Alkylgruppe.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei die Komponente (a) eine Verbindung mit mindestens einer C₈₋₃₆-Kohlenwasserstoffgruppe, mindestens einer quaternären Ammoniumgruppe und mindestens einer tertiären Aminogruppe ist, und das Kationenäquivalent der quaternären Ammoniumgruppe der Komponente (a) zu dem Anionenäquivalent der Komponente (b) 90:10 bis 40:60 beträgt.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, wobei die Komponente (a) eine durch die Formel (2) dargestellte Verbindung ist:



wobei mindestens ein Vertreter von R¹ und R² eine C₈₋₃₆-Alkyl- oder -Alkenylgruppe ist, die durch eine Estergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die andere Gruppe eine C₁₋₅-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe ist; A, B und C jeweils eine Gruppe -N⁺(R³)(R⁴)- oder -N(R⁵)- darstellen, unter der Massgabe, dass mindestens ein Vertreter von A, B und C -N⁺(R³)(R⁴)- ist und A, B und C nicht gleichzeitig -N⁺(R³)(R⁴)- sind, wobei R³, R⁴ und R⁵ gleich oder verschieden voneinander sind und eine C₁₋₅-Alkyl- oder -Hydroxyalkylgruppe darstellen; P und Q jeweils eine C₁₋₅-Alkylengruppe darstellen, die durch eine Estergruppe, eine Ethergruppe oder eine Amidgruppe unterbrochen sein kann, und die mit einer Hydroxygruppe oder einer Ethergruppe substituiert sein kann; a eine Zahl der -N⁺(R³)(R⁴)-Gruppen in A, B und C ist; n eine Zahl von 1 bis 3 ist; und m eine Zahl von 0 bis 2 ist; und X⁻ ein Anion ist.

5. Zusammensetzung nach Anspruch 1, die weiterhin 0,5 bis 20 Gew.-% einer Komponente (d) umfasst, deren δ 20 bis 40 beträgt, wie durch die Formel (1) bestimmt:

$$\delta = [(14,820 + 99,2T_b + 0,084T_b^2)/V]^{1/2} \quad (1)$$

wobei T_b die Siedetemperatur (°K) und V das molare Volumen (cm³/mol) bei 20°C ist.

6. Zusammensetzung nach Anspruch 5, die 3 bis 50 Gew.-% einer Verbindung mit zwei oder mehreren quaternären Ammoniumgruppen oder tertiären Aminogruppen und einer oder mehreren C₁₀₋₂₂-Alkyl- oder -Alkenylgruppen im Molekül als Komponente (a), 0,5 bis 30 Gew.-% eines anionischen Tensids als Komponente (b), 0,1 bis 10 Gew.-% eines nicht-ionischen Tensids als Komponente (c) und 0,5 bis 20 Gew.-% der Komponente (d) umfasst.

7. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche mit einem pH im Bereich von 1 bis 5.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen