

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 150499 B



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENEN

(21) Patentansøgning nr.: 1918/73

(51) Int.Cl.⁴: D 06 M 13/46

(22) Indleveringsdag: 09 apr 1973

(41) Alm. tilgængelig: 05 nov 1973

(44) Fremlagt: 09 mar 1987

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 04 maj 1972 US 250428

(71) Ansøger: *COLGATE-PALMOLIVE COMPANY; 300 Park Avenue, New York, N.Y. 10022, USA.

(72) Opfinder: Harold Eugene *Wixon; US.

(74) Fuldmægtig: Firmaet Chas. Hude

(54) **Tekstilblødgøringsmiddel med forbedrede blødgørende og hvidhedsgivende egenskaber**

DK 150499 B

Opfindelsen angår et tekstilblødgøringsmiddel med forbedrede blødgørende og hvidhedsgivende egenskaber indeholdende et kationaktiv, kvaternær ammoniumforbindelse som blødgøringsmiddel samt et gulningsmodvirkende middel.

5

Anvendelsen af mange forskellige kemiske stoffer og navnlig kationaktive, kvaternære ammoniumforbindelser som blødgøringsmidler over for tekstilprodukter, er meget velkendt af fagfolk. Det er også velkendt på grund af deres blødgøringsvirkning under vaskeprocessens vaske- og navnlig skylleperiode at anvende sådanne stoffer. Denne teknik er nødvendiggjort, fordi de hidtil anvendte blødgøringsmidler, som hovedsagelig er af kationaktiv natur, ikke er forenelige med størstedelen af de detergenter, der anvendes i vaskeprocessen. Den mest dominerende type af anvendte detergenter til hjemmevask er af anionaktiv natur. Det har vist sig, at selv spor af anionaktive stoffer resulterer i en udfældning, som i høj grad reducerer effektiviteten af de nævnte kationaktive tekstilblødgøringsmidler. Denne påvisning af uforenelighed har nødvendiggjort anvendelsen af kationaktive, kvaternære blødgøringsmidler ved vask under skylningsprocessen efter adskillige skylninger for at befri det vaskede tekstilmateriale for spor af den anionaktive detergent.

10

15

20

25

En anden ulempe ved kationaktive kvaternære blødgøringsmidler er, at tekstilstoffer, der er behandlet med disse, som bekendt har tendens til at gulne.

30

Det har nu vist sig, at tilsætningen af små mængder højere alifatisk alkoholsulfater til kationaktive, kvaternære blødgøringsmidler forhøjer de hermed behandlede tekstilstoffers blødhed og hvidhed. Dette er uventet, navnlig i betragtning af den kendte uforenelighed af selv spor af anionaktive forbindelser (alkoholsulfatet er anionaktivt) med de nævnte kationaktive blødgøringsmidler.

Hovedformålet med den foreliggende opfindelse er derfor at tilvejebringe et kationaktivt kvaternært tekstilblødgøringsmiddel, som i forbindelse med et alkoholsulfat, som defineret nedenfor, samtidigt giver en forbedring af de hermed behandlede tekstilstoffers hvidhed og blødhed.

Formålet opfyldes med et tekstilblødgøringsmiddel ifølge opfindelsen som defineret i krav 1.

De kationaktive kvaternære blødgøringsmidler, som er fundet nyttige til at indgå i midlerne ifølge opfindelsen, kendes i handelen og udgør således

2-heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)ethyl]-imidazolinium-methylsulfat,

2-heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)ethyl]-imidazolinium-chlorid,

De langkædede alifatiske alkoholsulfater, der er anvendelige i forbindelse med den foreliggende opfindelse, er de naturlige eller syntetiske alkoholsulfater valgt blandt vandopløselige sulfater af ligekædede eller forgrenede, alifatiske alkoholer med 14-22 carbonatomer, fortrinsvis 16-20 carbonatomer. Eksempler på de nævnte anvendelige alkoholsulfater er de vandopløselige alkoholsulfater, herunder alkalimetalammonium-, lavere amin- og alkanolaminsalte af laurylalkoholsulfat, myristylalkoholsulfat, hexadecanolsulfat, cetylalkoholsulfat, heptadecanolsulfat, octadecanolsulfat, stearylalkoholsulfat, nonadecanolsulfat, eicosanolsulfat, talgalkoholsulfat, etc. og blandinger af disse. Et typisk kommercielt tilgængeligt naturligt alkoholsulfat indeholder en blanding af alkoholer med 3% C₁₄, 52% C₁₆, 32% C₁₈, 12% C₂₀ og 1% C₂₂.

Tekstilblødgøringsmidlet ifølge opfindelsen kan også indeholde mindre mængder klaremidler, blånelser, germicider, parfumer eller andre additiver, som ikke indvirker på de nævnte midlers blødgørende og gulningsmodvirkende egenskaber.

- 5 Dette produkt kan fremstilles og anvendes i flydende eller fast form, adsorberet på en bærer. Mængden af det kvaternære blødgøringsmiddel, som er til stede i det flydende middel, kan ligge i intervallet 2-20% og fortrinsvis ca. 4-15 vægt%. Det flydende middel kan påsprøjtes eller på anden måde agglomereres med partikler af borax, natriumcarbonat, natriumbicarbonat, 10 natriumseskvicarbonat, natriumsulfat, natriumchlorid, fosphater eller andre bærermaterialer, så man får kornede eller pulverformede midler. Det faste produkt kan også formes til småkugler eller til anden passende form. Mængden af det kvaternære blødgøringsmiddel, som er til stede i den pulveriserede 15 form, kan være 2-30 vægt% og fortrinsvis 4-20 vægt%.

- Selv om uforeneligheden af selv spor af anionaktive stoffer, såsom højere alifatiske alkoholsulfater, med kationaktive kvaternære ammoniumblødgøringsmidler er velkendte for fagfolk, 20 har det ikke desto mindre vist sig, at små mængder af de nævnte alkoholsulfater, blandet med de nævnte kvaternære ammoniumblødgøringsmidler, på overraskende måde hos disse forøger den blødgørende og hvidgørende egenskab. Vægtforhold på 8:1- 25 4:1 af det kationaktive stof: alkoholsulfat giver resultater som vist ved de følgende forsøg og eksempler, hvor man har behandlet og vurderet et håndklæde efter følgende metode:

- Et frottéhåndklæde skylledes i 77 liter ledningsvand ved ca. 30 21°C. Efter lufttørring blev håndklædet bedømt med hensyn til blødhed efter en karakterskala fra 1-10, hvor 1 repræsenterer ingen blødhed, og 10 angiver fremragende blødhed. Angivelser 10^+ til 10^{+++} er anvendt, når håndklædet er særligt blødt, dvs. blødere end hvad der er opnåeligt under praktiske vaskebetingel-
- 35

ser. De hvidhedsgivende egenskaber eller gulningsmodvirkende egenskaber er vist på b-skalaen, hvor højere talværdier af +b betyder større gulning, og højere talværdier af -b angiver større hvidhed.

5

I forsøgene 1-3 belyses resultaterne opnået med vægtforhold mellem kationaktivt middel og alkoholsulfat uden for intervallet 4:1 - 8:1.

10

Forsøg 1.

15

Alkoholsulfatindholdet ifølge efterfølgende eksempel 2 blev forøget til 1,0 og blandet med det aktive middel til dannelsen af en homogen væske. Et hermed som ovenfor beskrevet behandlet håndklæde fik en blødhedskarakter på 10 og en b-værdi på -2,3. Dette repræsenterer et 2:1 vægtforhold af kationaktivt middel:alkoholsulfat.

20

Forsøg 2.

25

Alkoholsulfatindholdet ifølge det efterfølgende eksempel 2 blev forøget til 2,0 og blandet som i eksempel 2 til dannelsen af en homogen væske. Et med dette middel behandlet håndklæde fik en blødhedskarakter på 8 og en b-værdi på -4,5. Selv om dette middel gav et hvidere håndklæde, formindskedes blødheden betydeligt. Vægtforholdet af det kationaktive middel: alkoholsulfatet var her 1:1. Det fremgår således, at vægtforholdet må holdes inden for visse grænser, såfremt man skal opnå både en maksimal blødhed og en forbedret hvidhed.

30

Forsøg 3.

35

Alkoholsulfatindholdet blev forøget til 4,0 g, hvilket repræsenterer et vægtforhold på 1:2 af kationaktivt middel: alkoholsulfat. Et hermed i overensstemmelse med fremgangsmåden ifølge eksempel 2 behandlet håndklæde fik en blødhedskarakter på 2 og en b-værdi på -4,8. Selv om hvidheden blev bedre, aftog blødheden kendeligt.

Betydningen af vægtforholdet ifølge opfindelsen mellem det kationaktive middel og alkoholsulfatet er således tydeligt påvist. Ifølge opfindelsen anvendes derfor blandingsforhold og koncentrationer inden for området 8:1 til 4:1 af det kationaktive middel: alkoholsulfatet for at fremkalde den ønskede kombination af blødhed og hvidhed.

I det efterfølgende sammenligningsforsøg belyses fordelene ved den foreliggende opfindelse i sammenligning med kendt teknik.

10

Sammenligningsforsøg.

30 g af et flydende blødgøringsmiddel, der indeholdt 7,1% 2-heptadecyl-1-methyl-1-(2-stearoylamido)ethylimidazoliummethylsulfat, 0,28% *Calcofluor CSL-hvidhedsgivende middel og 1,5% af en opløsning af "Acid Blue" nr. 80 samt 87,8% vand blev tilsat til skyllevandet, og et håndklæde blev behandlet som beskrevet ovenfor. Håndklædet fik en blødhedskarakter på 10^+ og en \underline{b} -værdi på +0,3.

20

* 4,4'-bis-(4-anilino-6-[N-(2-hydroxyethyl)-N-(2-carbamoylethyl)-amino]-s-triazin-2-ylamino)-2,2'-stilbendisulfonsyre.

De efterfølgende eksempler 1-4 belyser den foreliggende opfindelse nærmere.

25

Eksempel 1.

0,25 g af den tidligere nævnte kommercielt tilgængelige blanding af højere alifatiske alkoholsulfater, der indeholdt 14-22 carbonatomer, blev dispergeret i 100 ml varmt vand. 30 g af det i sammenligningseksemplet nævnte flydende blødgøringsmiddel blev tilsat til opnåelse af en homogen væske. Denne blanding blev tilsat til skyllevandet, og et håndklæde blev behandlet hermed som beskrevet ovenfor. Dette håndklæde fik karakteren 10^{++} med hensyn til blødhed og en \underline{b} -værdi på -0,7.

35

Dette eksempel repræsenterer et 8:1 vægtforhold af det kation-
aktive stof : alkoholsulfatet og viste opnåelsen af en tyde-
lig forbedring i både hvidhed og blødhed i sammenligning med
håndklædet, som udelukkende blev behandlet med det kationaktive
5 middel.

Eksempel 2.

Alkoholsulfatindholdet ifølge eksempel 1 blev forøget til 0,5 g.
10 Blandingen af det kationaktive middel og alkoholsulfatet gav
en homogen vaske. Et håndklæde, der var behandlet med denne
blanding, som repræsenterer et 4:1 vægtforhold af det kation-
aktive middel:alkoholsulfatet gav en maksimal blødhedskarakter
på 10^{+++} og forøget hvidhed svarende til en \underline{b} -værdi på -1,4.

Eksempel 3.

50 g af et pulveriseret blødgøringsmiddel bestående af 5 g 2-
heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)ethyl]-imidazolinium-
20 methylsulfat, 1,25 g af en blanding af højere alifatiske alko-
holsulfater, der indeholdt 14-22 carbonatomer samt 43,75 g na-
triumsulfat, blev tilsat til den sidste portion skyllevand un-
der vaskningen af tekstilmaterialet. Man opnåede her de samme
overlegne resultater som i eksempel 2.

25 Den anbefalede mængde blødgøringsmiddel, der bør anvendes ved
den sidste skylning i vaskeprocessen ved vask af ca. 3-5 kg
vasketøj, er 30-60 g, selv om større eller mindre mængder kan
anvendes, alt afhængigt af vaskebetingelserne, såsom vandets
30 temperatur, vandets hårdhedsgrad, mængden af vasketøj, vaske-
tøjets tilsmudsningsgrad, vaskemaskinens kapacitet, etc..

Eksempel 4.

35 Talgalkoholsulfat, som er en blanding af 60% alkoholsulfat inde-
holdende 18 carbonatomer og 30% alkoholsulfat indeholdende 16
carbonatomer, kan anvendes i stedet for alkoholsulfatet i ek-
sempel 3. Der opnås den samme overlegne blødhed og hvidhed.

Opfindelsen har fundet langt den største anvendelse ved blødgøring af bomuldstøj, tekstilstoffer af andre cellulosefibre, såsom rayon, eller andre tekstilfibre, f.eks. nylon, silke, uld, polyethylenterephthalat, celluloseacetat, acrylonitril-
5 polymere eller -copolymere, eller blandinger af to eller flere af disse fibre (f.eks. blandinger af bomuld og polyester). Disse blødgøringsmidler kan anvendes til tekstilstoffer i et vandigt bad, enten som en afsluttende skylning i forbindelse med vask eller som en særskilt blødgøringsoperation. I praksis til-
10 sættes 30-60 g af blødgøringsmidlet til en automatisk vaskemaskine eller et lignende behandlingsbad, der indeholder 35 liter vand og en sædvanlig mængde tekstilstof (ca. 3,7-3,6 kg). Imidlertid kan man ved anvendelse af mindre eller større mængder opnå den ønskede grad af blødhed og hvidhed, alt afhængigt af
15 vandtemperaturen, vandmængden og tekstilstofmængden, etc..

Tilstedeværelsen af spor af anionaktive forbindelser fra vaskeprocessen modvirker ikke det foreliggende skylleprodukts fremragende egenskaber. På samme måde har tilstedeværelsen af høje-
20 re alifatiske alkoholsulfater, som én af de anionaktive bestanddele i detergentrecepten, ingen væsentlig indvirkning, hverken god eller dårlig, på de blødgørende og hvidhedsgivende eller gulfningsmodvirkende egenskaber for det omhandlede blødgøringsprodukt, når det anvendes på en vaskeoperations skylningsstadium. De følgende forsøg viser, at det omhandlede blødgøringsmid-
25 del virker lige så godt efter en vaskeperiode i nærværelse af spor af anionaktive midler, der er blevet ført med over, som i en særskilt blødgøringsoperation, hvor der ikke er spor af anionaktive midler i skyllebadet.

30 Man anvendte en kopfuld (80 g) kommercielle detergenter i vaskeprocessen og skyllede derpå med et blødgøringsmiddel. Hermed behandlede håndklæder fik karakter for blødhed:

35

	<u>Vaskeprocessens detergent</u>	<u>Blødgøringsmiddel ved sidste skylning</u>	<u>Karakter for blødhed</u>
5	1. Anionaktiv detergent indeholdende højere alifatisk alkoholsulfat		1
	2. Samme	Kvaternært blødgøringsmiddel: 2-heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)-ethyl]imidazoliniumchlorid.	10 ⁺⁺
10	3. Samme	4:1 kvaternært blødgøringsmiddel: alkoholsulfat (ifølge eksempel 2).	10 ⁺⁺⁺⁺
	4. Anionaktiv detergent.	-	1
15	5. Samme	Kvaternært blødgøringsmiddel	10 ⁺⁺
	6. Samme	4:1 kvaternær forbindelse:alkoholsulfat	10 ⁺⁺⁺⁺⁺
	7. Lavtskummende detergent	-	1
20	8. Samme	Kvaternært blødgøringsmiddel	9
	9. Samme	4:1 kvaternært middel: alkoholsulfat	10 ⁺
	10. -	Kvaternært blødgøringsmiddel	10 ⁺⁺⁺
25	11. -	4:1 kvaternær forbindelse:alkoholsulfat	10 ⁺⁺⁺⁺

Der var ingen bemærkelsesværdig forskel i graden af håndklædernes hvidhed, idet alle håndklæderne var i det væsentlige lige hvide.

Disse resultater viser tydeligt de overraskende overlegne resultater, som man får med det omhandlede tekstilblødgøringsmiddel det kationaktive kvaternære blødgøringsmiddel og det alifatiske alkoholsulfat i det angivne mængdeforhold.

P a t e n t k r a v .

1. Tekstilblødgøringsmiddel med forbedrede blødgørende og hvidhedsgivende egenskaber indeholdende en kationaktiv, kvaternær ammoniumforbindelse som blødgøringsmiddel samt et gulningsmodvirkende middel, k e n d e t e g n e t ved, at det som blødgøringsmiddel indeholder et methylsulfat eller chlorid af 2-heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)ethyl]imidazolinium og som gulningsmodvirkende middel indeholder et alkoholsulfat valgt blandt vandopløselige sulfater af ligekædede eller forgrenede alifatiske alkoholer med 14-22 carbonatomer, hvorhos vægtforholdet mellem imidazoliniumforbindelse og alkoholsulfat ligger i intervallet 8:1 - 4:1.
2. Tekstilblødgøringsmiddel ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det som blødgøringsmiddel indeholder 2-heptadecyl-1-methyl-1-[(2-stearoylamido)ethyl]imidazoliniummethylsulfat.
3. Tekstilblødgøringsmiddel ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at alkoholsulfatet indeholder 16-20 carbonatomer.

Fremdragne publikationer:

DK ansøgning nr. 6480/69 (patent nr. 131432)
US patenter nr. 3325405, 3644203.