

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

Anmeldenummer: **88103448.2**

Int. Cl.4: **C11D 1/40** , **C11D 1/645** ,  
**C11D 3/20**

Anmeldetag: **05.03.88**

Priorität: **13.03.87 DE 3708132**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**14.09.88 Patentblatt 88/37**

Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**  
**Postfach 1100 Henkelstrasse 67**  
**D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)**

Erfinder: **Rutzen, Horst, Dr.**  
**Falkenweg 12**  
**D-4018 Langenfeld(DE)**  
Erfinder: **Sung, Eric, Dr.**  
**Lortzingweg 6**  
**D-401 Monheim(DE)**

**Wässriges Weichspülmittel für die Behandlung von Textilien.**

Die zur Behandlung von Textilien nach dem Waschen vorgesehenen Weichspülmittel enthalten als Wirkstoff eine Kombination von Carbonsäuren und Aminen und/oder quartären Ammoniumverbindungen mit einem langen Alkyl-oder Alkenylrest. Diese Wirkstoff-Kombination ist leicht und preiswert verfügbar und verleiht den behandelten Textilien einen weichen vollen Griff.

**EP 0 281 975 A2**

Wäßriges Weichspülmittel für die Behandlung von Textilien

Die Erfindung betrifft Weichspülmittel, die für die Behandlung von Textilien nach dem Waschen verwendet werden können.

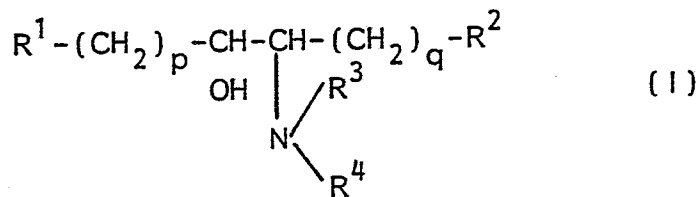
Unter "Weichspülmittel werden üblicherweise in Wasser konfektionierte oder konfektionierbare, eine oder mehrere Wirkstoffe enthaltende Mittel verstanden, die Einsatz auf dem Reinigungs- und Waschmittelsektor finden und dazu verwendet werden, Textilien einen weichen Griff zu verleihen. Derartige Mittel enthalten üblicherweise ein oder mehrere kationische Tenside, die in der Lage sind, mit ihnen behandelte Textilien weich und griffig zu machen. Als Kationentenside wurden insbesondere wasserunlösliche quartäre Ammoniumverbindungen vorgeschlagen, in denen das Ammonium-Stickstoffatom mindestens zwei langkettige Alkylreste mit 16 bis 18 C-Atomen oder mindestens einen überlangen Rest, beispielsweise mit C-Atom-Zahlen im Bereich von 32 bis 36, tragen muß, um ausreichende Weichmacher-Qualitäten des Weichspülmittels sicherzustellen. Derartige quartäre Ammoniumverbindungen wurden eigens für die Herstellung von Weichspülern in großen Mengen und meist in aufwendiger Weise hergestellt.

In der DE-OS 29 43 606 wird vorgeschlagen, in Ergänzung zu derartigen, wasserunlöslichen kationischen Tensiden in Textilweichmachern auch langkettige Alkyl- oder Alkenylmonocarbonsäuren zu verwenden und damit die Weichspülwirkung eines Textilweichmachers deutlich zu verbessern. Ein Nachteil derartiger Mittel aus dem Stand der Technik ist jedoch die aufwendige Synthese der mindestens zwei langkettige Alkylreste enthaltenden, wasserunlöslichen quartären Ammoniumverbindungen.

Die vorliegende Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt, die aus dem Stand der Technik bekannten Nachteile, insbesondere die Verwendung von durch aufwendige Synthese hergestellten Weichspülmittelbestandteilen zu vermeiden und Weichspüler zur Verfügung zu stellen, deren Wirkstoffe durch einfache chemische Synthesen aus preisgünstigen Rohstoffen oder aus in großem Maßstab synthetisierbaren Zwischenprodukten hergestellt werden können. Dabei wurde überraschenderweise gefunden, daß Textilweichmacher mit guter Weichspülwirkung (Avivage-Wirkung) durch einfaches Vermischen bestimmter Fettsäuren und Fettamine bzw. entsprechender Quartärverbindungen der Fettamine erhalten werden können, die durch einfache fettchemische Synthesen aus natürlichen Rohstoffen in großem Maßstab preiswert erhalten werden können.

Die Erfindung betrifft wäßrige Weichspülmittel auf Basis einer Kombination von Carbonsäuren und Aminen und/oder quartären Ammoniumverbindungen mit einem langkettigen Alkyl- oder Alkenylrest, enthaltend

(a) ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II)



in denen

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 20 C-Atomen und R<sup>2</sup> zusätzlich noch für eine Hydroxygruppe oder eine Gruppe der Formel (III) stehen



in der

R<sup>5</sup> Wasserstoff oder einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest bedeutet, und

R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen und

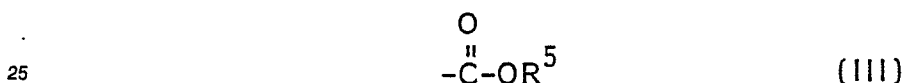
p und q Zahlen im Bereich von 0 bis 22 bedeuten, wobei die Summe (p + q) im Bereich von 0 bis 22 liegt, und/oder eine oder mehrere, durch Quaternisierung aus derartigen Aminen abgeleitete Ammoniumverbindungen,

(b) eine oder mehrere geradkettige oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte Carbonsäuren mit 1 bis 24 C-Atomen, sowie

(c) gegebenenfalls in derartigen Mitteln übliche weitere Stoffe.

Die erfindungsgemäßen Weichspülmittel können also als Aminkomponente eine Vielzahl von Verbindungen der allgemeinen Formeln (I) und (II) enthalten. Außerdem sind zusammen mit oder anstelle der oben genannten Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) auch eine oder mehrere Ammoniumverbindungen als "Aminkomponente" geeignet, die durch Quaternisierung aus Aminen der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) abgeleitet sind.

Außer Wasserstoff kommen also als Bedeutung für R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> unabhängig voneinander geradkettige Alkylreste aus der Gruppe Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Nonyl, Decyl, Undecyl, Dodecyl, Tridecyl, Tetradecyl, Pentadecyl, Hexadecyl, Heptadecyl, Octadecyl, Nonadecyl und Eicosyl sowie die grundsätzlich mit gleichem Vorteil verwendbaren verzweigten Homologen der genannten Alkylreste in Frage. Neben den genannten Bedeutungen kann R<sup>2</sup> zusätzlich noch weitere Bedeutungen haben. Es kann erfindungsgemäß in den in Weichspümlern verwendbaren Aminen auch noch für eine Hydroxygruppe oder eine Gruppe der Formel (III) stehen



in der R<sup>5</sup> Wasserstoff oder einen Alkylrest aus der Gruppe Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, t-Butyl, n-Pentyl, die zu n-Pentyl isomeren homologen Pentylreste, n-Hexyl und die zu n-Hexyl isomeren verzweigt-kettigen Hexylreste bedeutet.

R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> können in den in den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln verwendbaren Aminen außer für Wasserstoff auch für geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen stehen. Es kommen somit die Reste Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, t-Butyl, n-Pentyl, n-Hexyl sowie die zu den geradkettigen Pentyl- und Hexylresten isomeren verzweigten Pentyl- und Hexylreste in Frage. Außerdem können R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> in den allgemeinen Formeln (I) und (II) auch für Hydroxyalkylreste stehen, in denen die Alkylgruppen stets geradkettig sind und aus der Gruppe der Reste Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl und Hexyl stammen.

In der allgemeinen Formel (I) können die Indices p und q für Zahlen im Bereich von 0 bis 22 stehen, wobei die Summe (p + q) immer im Bereich von 0 bis 22 liegt. Dabei ist es möglich, daß p und q jede mögliche Zahl in dem genannten Bereich annehmen. Darunter können auch gebrochene Zahlen fallen, da wie später ausgeführt wird - auch Verbindungsgemische eingesetzt werden, in denen eine unterschiedliche Zahl von -CH<sub>2</sub>-Gruppen im Molekül steht und die Indices p und q nur die durchschnittlichen Zahlenwerte angeben; durch das Anfallen von Verbindungsgemischen zu unterschiedlichen Anteilen in einer Mischung werden dann auch gebrochene Zahlen als Indices für p und q möglich.

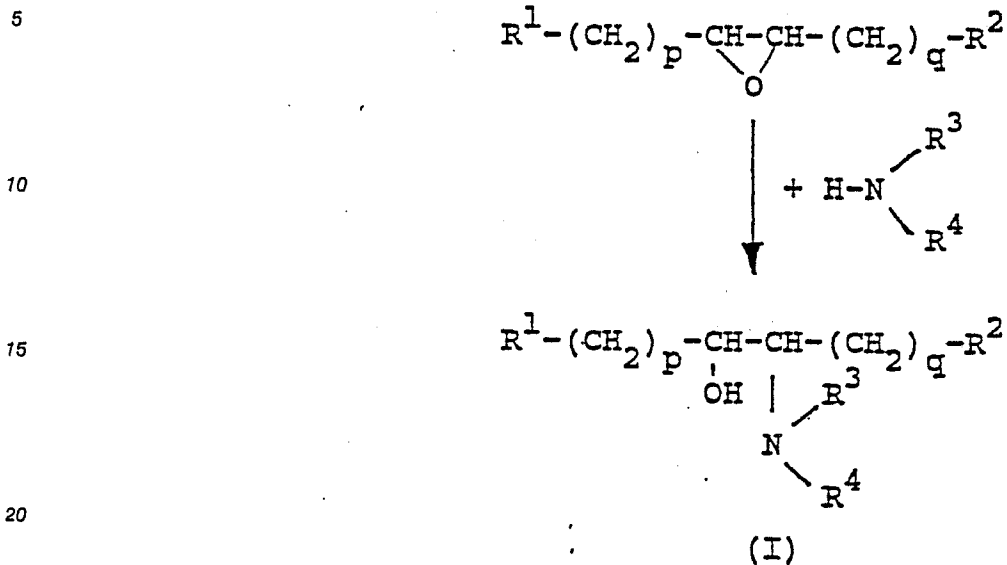
Entsprechend den obigen Angaben ist als Aminkomponente für die erfindungsgemäßen Weichspülmittel eine große Zahl von Verbindungen möglich, die unter die allgemeinen Formeln (I) und (II) fallen bzw. von derartigen Verbindungen durch Quaternisierung abgeleitet sind. In bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung lassen sich die verwendbaren Amine der allgemeinen Formel (I) in mehrere Gruppen einteilen. So werden bevorzugt als Aminkomponente eine oder mehrere Verbindungen der allgemeinen Formel (I) verwendet, in der R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> für Wasserstoff, R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> unabhängig voneinander für geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im Alkylrest stehen. Die Verbindungen dieser Klasse sind Amine, die im großindustriellen Maßstab aus Olefinen über eine Epoxidierungsstufe hergestellt werden können; die hieraus resultierenden Olefinepoxide werden anschließend mit sekundären Aminen der allgemeinen Formel



entsprechend der nachfolgenden Reaktionsgleichung (1) umgesetzt, wobei dann die oben genannten



## Reaktionsgleichung (2)



25 In besonders bevorzugten Ausführungsformen enthalten die Weichspülmittel ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>1</sup> für einen geradkettigen oder verzweigten Alkylrest mit 1 bis 20 C-Atomen und R<sup>2</sup> für eine Hydroxygruppe oder eine Gruppe der Formel (III) stehen



35 in der R<sup>5</sup> die oben genannten Bedeutungen hat, und R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> unabhängig voneinander für geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen. Aus der Gruppe derartiger Verbindungen der allgemeinen Formel (I) sind solche als Aminkomponenten für erfindungsgemäße Weichspülmittel besonders gut geeignet, in denen R<sup>1</sup> für einen geradkettigen Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen, R<sup>2</sup> für eine Carbonyloxymethylgruppe und R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> -unabhängig voneinander - für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen, da Weichspülmittel, die derartige Aminkomponenten enthalten, in der Lage sind, den mit ihnen gewaschenen

40 Textilien die erwünschte Flauschigkeit und einen weichen Griff zu verleihen. Dabei kann es erfindungsgemäß weiter bevorzugt sein, bei gleichen Bedeutungen für R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup>, wie sie vorab erwähnt wurden, die Substituenten R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> in der allgemeinen Formel (I) des eingesetztenamins bzw. der eingesetzten Amine aus der Gruppe der geradkettigen Alkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen und der Hydroxyalkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest auszuwählen, wobei dann p = 8 bis 18 ist und q für 0 steht. Aus der

45 Gruppe dieser Verbindungen sind - wegen der besonders guten Weichspülergebnisse - diejenigen bevorzugt, in denen R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> in der allgemeinen Formel (I) für Methyl-oder Ethylreste oder Hydroxyethylreste steht und p = 10 bis 16 und q = 0 ist.

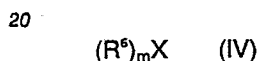
In den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln können neben oder anstelle von einem oder mehreren Aminen der allgemeinen Formel (I) auch solche der allgemeinen Formel (II) verwendet werden.



In dieser allgemeinen Formel kann R<sup>1</sup> für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 20 C-Atomen stehen, wie sie oben schon genannt wurden, und R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup>, die gleich oder verschieden sein können, können unabhängig voneinander für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen. Üblicherweise weist der Rest R<sup>1</sup> in der allgemeinen Formel (II) eine Zahl von C-Atomen im Bereich von 12 bis 20, bevorzugt von 14 bis 18 auf. Amine mit Kettenlängen in diesem bevorzugten Bereich lassen sich bequem aus natürlichen Fetten und Ölen nach an sich bekannten Methoden synthetisieren. Aufgrund der

üblicherweise angewendeten Synthesemethoden fallen dabei im industriellen Maßstab meist Gemische von Aminen unterschiedlicher Kettenlängen an, die ohne weiteres als Aminkomponente in den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln enthalten sein können. Es ist jedoch auch möglich, Einzelverbindungen zu synthetisieren und diese als Aminkomponente der Weichspülmittel vorzusehen. Aus der Gruppe der genannten Amine der allgemeinen Formel (II) haben sich in der Praxis besonders Laurylamin, Cetylamin, Lauryldimethylamin und Cetyldimethylamin bewährt. Bei Verwendung von Amingemischen aus nativen Fetten oder Ölen sind insbesondere Kokosdimethylamin ( $R^1 = C_{12}-C_{18}$ ) oder Talgalkyldimethylamin ( $R^1 = C_{16}-C_{18}$ ) als Aminkomponenten für die erfindungsgemäßen Weichspülmittel geeignet.

Wie oben schon erwähnt, entspricht es einer weiteren, ebenfalls bevorzugten Ausführungsform der Erfindung, als Aminkomponente zusammen mit oder an Stelle der oben genannten Amine der allgemeinen Formeln (I) und (II) eine oder mehrere, durch Quaternisierung aus Aminen der allgemeinen Formeln (I) und (II) abgeleitete Ammoniumverbindungen zu verwenden. Derartige Ammoniumverbindungen können sowohl als Einzelkomponenten als auch als Gemische mehrerer Ammoniumverbindungen eingesetzt werden. Dabei ist es gleichgültig, in welchem Molverhältnis sie mit den oben genannten Aminen der allgemeinen Formeln (I) und (II) gemischt werden oder in welchen Molverhältnissen sie untereinander in den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln enthalten sind. Mit Vorteil werden solche Ammoniumverbindungen neben den oder anstelle der Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) verwendet, die durch Quaternisierung der oben genannten Amine der allgemeinen Formeln (I) und (II) mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (IV) abgeleitet sind



in der

$R^6$  für geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenalkylreste mit 1 oder 2 C-Atomen im Alkylrest,

X für einen Säurerest und

m für die Wertigkeit des Säurerestes X steht.

Als Alkylreste  $R^6$  kommen in dem Quaternisierungsreagens also die Gruppen Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl oder t-Butyl aus der Gruppe der Alkylreste oder die Reste Benzyl oder Phenethyl aus der Gruppe der Phenalkylreste in Frage. X kann für den Säurerest einer Vielzahl organischer und/oder anorganischer Säuren stehen; üblicherweise sind als Säurerest X die Reste Chlorid, Bromid, Methosulfat, Ethosulfat, Toluolsulfonat in Betracht zu ziehen.

Mit besonderem Vorteil werden bei Verwendung von Ammoniumverbindungen solche verwendet, die aus den Verbindungen der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) durch Quaternisierung mit einem Quaternisierungsreagens aus der Gruppe Methylchlorid, Ethylchlorid, Benzylchlorid und Dimethylsulfat abgeleitet sind.

Die Reaktion der Quaternisierung der Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) mit den genannten Quaternisierungsreagenzien ist als solche allgemein bekannt. Sie wird auch zur Herstellung der erfindungsgemäß ebenfalls verwendbaren Ammoniumverbindungen in der aus dem Stand der Technik bekannten Art und Weise durchgeführt. Diese besteht darin, daß man die jeweiligen Amine in Gegenwart oder in Abwesenheit eines Lösungsmittels bei erhöhter Temperatur mit dem gewünschten Quaternisierungsreagens umsetzt.

Im Rahmen einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ist es auch möglich, die Quaternisierung in ebenfalls aus dem Stand der Technik bekannter Art und Weise dadurch durchzuführen, daß man das jeweilige Amin in Gegenwart einer Säure mit einem Alkylenoxid, bevorzugt mit Ethylenoxid, umsetzt und dadurch Quaternisierungsprodukte erhält, die anstelle des Wasserstoffatoms im Amin eine Hydroxyalkylgruppe tragen, wobei die Zahl der C-Atome in der Alkylkette der Zahl der C-Atome der für die Umsetzung verwendeten Alkylenoxids entspricht und die statistische Zahl der Alkoxygruppen durch das bei der Umsetzung eingestellte Molverhältnis Alkylenoxid : Amin bestimmt wird. Die auf diesem Wege entstehenden quartären Ammoniumverbindungen enthalten als Anion X den Säurerest der bei der Umsetzung verwendeten Säure. Der Rest X steht dabei beispielsweise für einen Chlorid-, Sulfat-, Acetat-, Lactat-, Phosphat- oder Benzoat-Rest.

Die erfindungsgemäßen Weichspülmittel, die als Aminkomponente ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I) oder (II) oder daraus abgeleitete quartäre Ammoniumverbindungen enthalten, weisen als weitere essentielle Komponente eine oder mehrere geradkettige oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte Carbonsäuren mit 1 bis 24 C-Atomen auf. Aus der Gruppe der genannten Carbonsäuren werden bevorzugt als Carbonsäurekomponente für die erfindungsgemäßen Weichspülmittel solche eingesetzt, die

geradkettig sind. Diese können gesättigt oder ungesättigt sein und haben üblicherweise 1 bis 24, in bevorzugten Ausführungsformen 8 bis 18 C-Atome, wobei von diesen aufgrund der natürlichen Verfügbarkeit die gesättigten geradkettigen Carbonsäuren mit 8 bis 18 C-Atomen besonders bevorzugt sind. Die Carbonsäuren stammen somit aus der Gruppe der nachfolgenden Verbindungen: Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, Valeriansäure, Capronsäure, Önanthsäure, Caprylsäure, Pelargonsäure, Caprinsäure, Undecansäure, Laurinsäure, Tridecansäure, Myristinsäure, Pentadecansäure, Palmitinsäure, Margarinsäure, Stearinsäure, Nonadecansäure, Arachinsäure, Uneicosansäure, Behensäure, Tricosansäure und Lignocerinsäure. Auch in diesen Fällen ist es möglich, Einzelverbindungen als Carbonsäurekomponente einzusetzen oder anstelle einzelner Verbindungen Gemische verschiedener Carbonsäuren zu verwenden. Derartige Gemische entstehen - wie oben beschrieben - aus natürlich verfügbaren Quellen, wie beispielsweise pflanzlichen oder tierischen Fetten oder Ölen, durch übliche fettchemische Synthesen, beispielsweise durch Verseifung derartiger Fette und Öle.

Neben der Verwendung geradkettiger Fettsäuren als essentielle Komponente der erfindungsgemäßen Weichspülmittel sind jedoch auch Fettsäuren der genannten Alkylrest-Längen verwendbar, die verzweigte Alkylreste aufweisen. Diese werden nach an sich aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren über Oxoalkohole oder Oxoaldehyde oder nach der Koch-Haaf'schen Synthese hergestellt. Außerdem sind als Carbonsäurekomponente auch Guerbettsäuren geeignet, beispielsweise Isopalmitinsäure, die aus den entsprechenden Guerbetalkoholen durch Oxidation oder Alkalischesmelze herstellbar sind.

Bei Verwendung natürlicher Fette und Öle, beispielsweise Sojaöl, Leinöl, Sonnenblumenöl, Kokosöl, Palmöl oder Talg, lassen sich auch die ungesättigten Fettsäuren als Fettsäurekomponenten oder Weichspülmittel verwenden. Diese können auch als Einzelstoffe oder im Gemisch miteinander oder mit gesättigten Fettsäuren als Carbonsäurekomponente verwendet werden. Aufgrund ihrer guten Zugänglichkeit werden derartige Carbonsäuren aus den genannten nativen Quellen mit besonderem Vorteil verwendet.

Die erfindungsgemäßen Weichspülmittel enthalten üblicherweise die genannten Komponenten, d.h. Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) und/oder daraus durch Quaternisierung abgeleitete quartäre Ammoniumverbindungen einerseits und Carbonsäuren andererseits in bestimmten Mengen. Die Menge an Aminkomponente liegt dabei üblicherweise im Bereich von 10 bis 90 Mol-%, während die Mengen an Carbonsäuren üblicherweise im Bereich von 90 bis 10 Mol-% liegen. Bevorzugt wird ein Molverhältnis von Amin-Komponente zu Carbonsäure-Komponente im Bereich von 0,75 : 1 bis 4 : 1, insbesondere von 1 : 1.

Als weitere essentielle Komponente enthalten die Weichspülmittel gemäß der Erfindung noch Wasser. Dieses ist in den Mitteln in einer Menge zugegen, die sich mit den Mengen der Aminkomponente und der Carbonsäurekomponente sowie mit den gegebenenfalls vorhandenen sonstigen Bestandteilen zu 100 Gew.-% addiert.

Die Weichspülmittel können außer den drei genannten essentiellen Komponenten (Aminkomponente, Carbonsäurekomponente und Wasser) gegebenenfalls noch weitere, in derartigen Mitteln üblicherweise verwendete Stoffe enthalten. Dies können beispielsweise Duftstoffe, farbgebende Substanzen, Lösungsmittel, Konservierungsmittel und Viskositätsstellmittel sein. Derartige Substanzen sind in den Weichspülmitteln üblicherweise in Mengen von 0 bis 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Weichspülmittel, vorhanden. Ihre Gegenwart oder Abwesenheit beeinflusst jedoch das Weichspülergebnis nicht.

Die Aminkomponente, Carbonsäurekomponente und gegebenenfalls noch weitere, sonstige Bestandteile enthaltenden Weichspülmittel gemäß der Erfindung werden auf wäßriger Basis konfektioniert. Dabei werden die Wassermengen so eingestellt, daß mit der Konfektionierung leicht handhabbare, niederviskose Weichspülmittel entstehen, die sich in dieser Form gut in die Nachwaschflotte einbringen lassen. Die Mengen an Wasser in den fertig konfektionierten Weichspülmitteln gemäß der Erfindung liegen üblicherweise im Bereich von ca. 98 bis ca. 50 Gew.-%.

Die Weichspülmittel entsprechend der Erfindung werden nach an sich aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren hergestellt. Dies beruht im wesentlichen darauf, daß man die einzelnen Komponenten in handelsüblichen Mischern miteinander vermischt. Dies geschieht gewünschtenfalls unter Verwendung eines Lösungsmittels und/oder bei leicht erhöhter Temperatur. Die für die Herstellung verwendbaren Lösungsmittel werden zweckmäßigerweise so ausgewählt, daß sie im fertig konfektionierten Weichspülmittel verbleiben können. Beispiele für geeignete Lösungsmittel sind Ethanol, n-Propanol, i-Propanol, Ethylenglykol, Propylenglykol, Diglykole und Polyglykole. Geeignete Konzentrationen sind weitgehend vom speziellen Fall, d.h. der Vermischbarkeit von Aminkomponente und Carbonsäurekomponente mit Wasser abhängig und in weiten Grenzen wählbar. Ein wichtiges Kriterium für die Auswahl des Typs und der Menge des bei der Herstellung verwendeten Lösungsmittels ist die Verträglichkeit mit Wasser.

Die auf diesem Wege erhaltenen Weichspülmittel gemäß der Erfindung sind im wesentlichen in

- wäßriger Phase löslich oder feinteilig dispergierbar und weisen dadurch eine besonders hohe Lagerstabilität auf. Sie werden bei ihrer Anwendung in Flotten üblicherweise in Konzentrationen von 0,1 bis 0,6 Gew.-%, bezogen auf die Amin- und Carbonsäurekomponente, eingesetzt und zeigen in diesem Konzentrationsbereich das gewünschte Weichmachungsergebnis. Sie verleihen den mit ihnen gewaschenen Textilien eine gute Flauschigkeit und einen weichen Griff, der von Testpersonen als ausgesprochen angenehm empfunden wurde. Die für die Herstellung der erfindungsgemäßen Mittel verwendeten essentiellen Komponenten sind aus preiswert verfügbaren, zum Teil natürlichen Quellen auf großtechnischem Wege bequem zugänglich. Für die Herstellung der erfindungsgemäßen Mittel sind Trenn- oder Reinigungsoperationen der Einzelkomponenten nicht erforderlich.
- Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

### Beispiel 1

- a) Herstellung eines Weichspülmittels

40,06 g (0,20 Mol) Laurinsäure und 43,41 g (0,20 Mol) technisches Hexadecyldimethylamin (Molekularmasse aus AZ berechnet) wurden in eine 250 ml-Weithalsflasche gegeben und durch Erwärmen auf dem Dampfbad und gelegentliches Umrühren zu einer homogenen gelblichen Flüssigkeit zusammengeschnitten. Bei Abkühlen entstand ein teilweise durchkristallisierendes Produkt. 10 g dieses Produkts lösten sich in einer Mischung von Isopropanol und Wasser (Volumenverhältnis 9 : 1) klar auf. Beim Verdünnen mit Wasser entstand eine milchigtrübe Emulsion (pH-Wert 7,4), die sich nicht absetzte, sondern stabil blieb.

- b) bis g) Änderungen der Molverhältnisse Aminkomponente : Säurekomponente

Die Molverhältnisse Aminkomponente : Säurekomponente wurden in der in der nachfolgenden Tabelle 1 angegebenen Art und Weise geändert, wobei das verwendete Amin und die verwendete Carbonsäure mit der in Beispiel 1a) angegebenen identisch waren.

### Beispiele 2 bis 21

In gleicher Weise, jedoch gegebenenfalls unter Verwendung organischer Lösungsmittel, wurden Weichspülmittel gemäß der Erfindung aus den in der nachfolgenden Tabelle 1 angegebenen Komponenten hergestellt, wobei das Molverhältnis der Aminkomponente zur Säurekomponente in allen Beispielen 1 : 1 betrug. Die eingesetzten Wirkstoffkombinationen zeigt die nachfolgende Tabelle 1.



Tabelle 1

Bsp.	Formel Aminkomponente	Säurekomponente	Molverhältnis
1a	II; $R^1 = n-C_{16}H_{33}$ ; $R^3 = R^4 = CH_3$	Laurinsäure	1 : 1
b			0,25 : 1
c			0,50 : 1
d			0,75 : 1
e	-----"	-----"	1,33 : 1
f			2,0 : 1
g			4,0 : 1
2	II; $R^1 = n-C_{12}H_{25}$ ; $R^3 = R^4 = CH_3$	Stearinsäure	1 : 1
3	II; $R^1 = n-C_{12}H_{25}$ ; $R^3 = R^4 = CH_3$	Laurinsäure	1 : 1
4	II; $R^1 = n-C_{12}H_{25}$ ; $R^3 = R^4 = H$	iso-Palmitinsäure	1 : 1
5	II; $R^1 = n-C_{18}H_{37}$ ; $R^3 = R^4 = H$	iso-Palmitinsäure	1 : 1
6	II; $R^1 = n-C_{18}H_{37}$ ; $R^3 = R^4 = CH_3$	Ameisensäure	1 : 1
7	I; $R^1 = R^2 = H$ ; $R^3 = CH_3$ ; $R^4 = CH_2-CH_2OH$ ; p=14; q=0	Laurinsäure	1 : 1

Fortsetzung

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp.	Formel Aminkomponente	Säurekomponente	Molverhältnis
8	$I ; R^1=R^2=H; R^3=CH_3; R^4=CH_2-CH_2OH;$ $p=14; q=0$	Stearinsäure	1 : 1
9	$I ; R^1=H; R^2=OH; R^3=H; R^4=CH_2-CH_2OH;$ $p=8; q=8$	Laurinsäure	1 : 1
10	$I ; R^1=H; R^2=OH; R^3=H; R^4=CH_2-CH_2OH;$ $p=8; q=8$	Stearinsäure	1 : 1
11	Amin aus Beispiel 1, quaternisiert mit $CH_3Cl$ <sup>1)</sup>	Stearinsäure	1 : 1
12	----"----	Palmitinsäure	1 : 1
13	----"----	Laurinsäure	1 : 1
14	$I ; R^1=R^2=H; R^3=CH_3; R^4=CH_2CH_2OH; p=14$ $q=0; quaternisiert mit CH_3Cl$ <sup>2)</sup>	Stearinsäure	1 : 1

Fortsetzung

Fortsetzung Tabelle 1

Bsp.	Formel Aminkomponente	Säurekomponente	Molverhältnis
15	$I; R^1=R^2=H; R^3=CH_3; R^4=CH_2CH_2OH;$ $p=14; q=0; \text{quaternisiert mit } CH_3Cl^2)$	Palmitinsäure	1 : 1
16	----"----	Laurinsäure	1 : 1
17	Amin aus Beispiel 1, quaternisiert mit $C_2H_5Cl$	Palmitinsäure	1 : 1
18	$I; R^1=R^2=H; R^3=R^4=CH_3; p=q=0$	Stearinsäure	1 : 1
19	----"----	iso-Palmitinsäure	1 : 1
20	----"----	techn.. Ölsäure	1 : 1
21	----"----	Sojaöl	1 : 1

Anmerkungen: 1: kommerziell erhältlich als "Dehyquart A"

2: " " " " "Dehyquart E"

Beispiel 22

Zur Überprüfung der Weichspüleigenschaften wurden die Wirkstoffe der Beispiele 1 bis 21 in Wasser dispergiert. Die Wirkstoffkonzentration der Weichspülmittel gemäß der Erfindung betrug 0,3 g pro Liter  
5 Wasser.

Mit derartigen Dispersionen wurde Baumwoll-Frottiertgewebe, das zuvor 96 h lang mit einer Lösung von 4 g Natriumtripolyphosphat pro Liter Wasser behandelt worden war und das sehr hart war, 5 min lang in Kontakt gebracht. Darauf wurde die Behandlungsflotte durch Zentrifugieren (10 sec) abgetrennt.

Nach dem Trocknen wurden die Frottierproben durch Personen, die in der Beurteilung der Weichheit  
10 von Textilien geübt waren, auf ihre Weichheit im Vergleich zu dem harten Ausgangsmaterial geprüft. Der Prüfung wurde eine Bewertungsskala zugrunde gelegt, in der die Werte zwischen 0 (sehr harter Griff) und 6 (sehr weicher Griff) schwanken können.

Bei einer "Zweifachbestimmung" wurden je zwei Gewebestücke mit dem zu prüfenden Weichspülmittel  
15 behandelt; bei einer "Dreifachbestimmung" wurden entsprechend drei Gewebestücke behandelt und geprüft.

Die Werte sind der nachfolgenden Tabelle 2 zu entnehmen.

Beispiel 23

Zur weiteren Prüfung und Bewertung der erfindungsgemäßen Weichspülmittel wurden - in gleicher  
20 Weise wie in Beispiel 22 beschrieben - Molton-Tücher 20 h lang mit einer wäßrigen Natriumtripolyphosphatlösung behandelt. Das Gewebe war danach ausgesprochen hart. Die sensorische Beurteilung erfolgte in der in Beispiel 22 beschriebenen Art und Weise. Die Ergebnisse sind ebenfalls der nachfolgenden Tabelle  
25 2 zu entnehmen.

Beispiel 24

Zur weiteren Bestimmung der Weichspüleigenschaften der erfindungsgemäßen Mittel wurden vorgewa-  
30 schene und nicht mit Natriumtripolyphosphat behandelte Frottiertgewebestücke mit den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln behandelt und anschließend in der in den Beispielen 22 und 23 beschriebenen Art und Weise sensorisch geprüft. Die Ergebnisse sind ebenfalls der nachfolgenden Tabelle 2 zu entnehmen.

35

40

45

50

55

T a b e l l e 2

Ergebnisse der Beurteilung der Weichheit von mit den erfindungsgemäßen Weichspülmitteln erhaltenen Textilien

## G r i f f n o t e n

Mittel aus geh. Frotté vorgew. Frotté X<sup>1)</sup>  
 Beispiel (Bsp. 22) (Bsp. 23) (Bsp. 24)

1a	4,1	4,2	4,2	4,2	4,1
b	4,2	3,6		3,3	3,8
c	4,2	4,2		4,2	4,1
d	4,3	4,7		4,5	4,5
e	4,0	4,0		4,3	4,1
f	4,0	4,2		4,3	4,1
g	3,9	4,3		4,1	4,1
2	2,6	3,3		3,1	3,0
3	3,0	3,3		3,6	3,3

Fortsetzung

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55

Fortsetzung Tabelle 2

G r i f f n o t e n

Mittel aus geh. Frotté X<sup>1)</sup>  
 Beispiel (Bsp. 22) geh. Molton vorgew. Frotté (Bsp. 24)

4	3,0	3,6	3,4	3,3
5	3,2	3,1	3,1	3,1
6	4,0	4,1	4,0	4,0
7	4,6	4,5	4,8	4,6
8	4,7	4,8	4,8	4,7
9	3,1	2,4	3,2	2,9
10	3,6	2,6	3,3	3,1
11	4,6	4,2	4,3	4,3
12	4,7	3,5	4,4	4,1
13	3,5	2,5	3,1	3,0

Fortsetzung

19 0 281 975

Fortsetzung Tabelle 2

Mittel aus Beispiel	G r i f f n o t e n			X <sup>1)</sup>
	geh. Frotté (Bsp. 22)	geh. Molton (Bsp. 23)	vorgew. Frotté (Bsp. 24)	
14	4,8	5,0	4,0	4,6
15	5,3	4,8	4,8	4,9
16	3,8	3,5	3,0	3,4
17	2,6	3,3	4,2	3,3
18 <sup>2)</sup>	-	-	-	-
19	2,3	2,5	2,0	2,2
20	2,0	1,9	2,0	1,9
21	1,6	1,0	1,4	1,6

Anmerkung: <sup>1)</sup> : Mittelwert der drei Beurteilungen

<sup>2)</sup> : Mittel war nicht dispergierbar in Wasser; keine Beurteilung möglich.

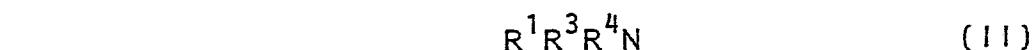
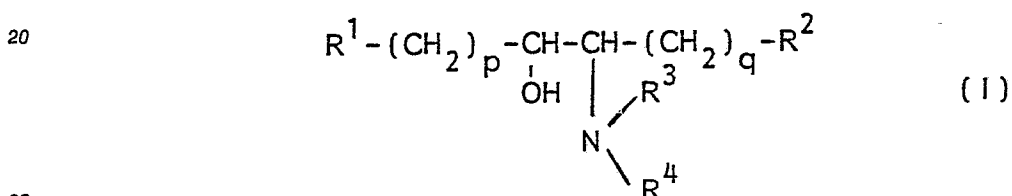
Ergebnis:

Wie sich anhand der Werte für die sensorische Prüfung zeigt, die in Tabelle 2, Spalte 5 über alle Messungen gemittelt wurden, weisen die behandelten Textilien nach dem Trocknen eine sehr gute Flauschigkeit bzw. große Weichheit auf. Außerdem wurde das Saugvermögen der behandelten Textilien nach dem Trocknen gegenüber dem unbehandelten Zustand nicht beeinflusst.

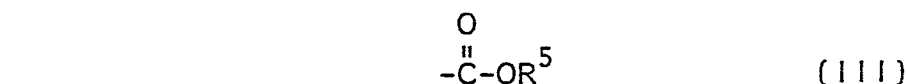
Im Sinne der Erfindung sind insbesondere die Wirkstoffkombinationen der Beispiele 1a, 11, 14 und 15 hervorzuheben; unter Verwendung der in der Tabelle 1 aufgeführten Komponenten ließen sich also Weichspülmittel gemäß der Erfindung erhalten, die den damit behandelten Textilien einen besonders hohen Grad an Weichheit verliehen.

**Ansprüche**

1. Wäßriges Weichspülmittel auf Basis einer Kombination von Carbonsäuren und Aminen und/oder quartären Ammoniumverbindungen mit einem langkettigen Alkyl- oder Alkenylrest, enthaltend  
(a) ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II)



in denen  
R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 20 C-Atomen und R<sup>2</sup> zusätzlich noch für eine Hydroxygruppe oder eine Gruppe der Formel (III) stehen



in der  
R<sup>5</sup> Wasserstoff oder einen geradkettigen oder verzweigten C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest bedeutet, und  
R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> gleich oder verschieden sein können und unabhängig voneinander für Wasserstoff, geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen und  
p und q Zahlen im Bereich von 0 bis 22 bedeuten, wobei die Summe (p + q) im Bereich von 0 bis 22 liegt, und/oder eine oder mehrere, durch Quaternisierung aus derartigen Aminen abgeleitete Ammoniumverbindungen,

- (b) eine oder mehrere geradkettige oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte Carbonsäuren mit 1 bis 24 C-Atomen und  
(c) gegebenenfalls in derartigen Mitteln übliche weitere Stoffe.

2. Weichspülmittel nach Anspruch 1, enthaltend  
Komponente (a) in einer Menge von 10 bis 90 Mol-%,  
Komponente (b) in einer Menge von 90 bis 10 Mol-%,  
Komponente (c) in Mengen von 0 bis 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, und  
Wasser in einer Menge, die die Gesamtmenge aller Komponenten zu 100 Gew.-% aufsummiert.



3. Weichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup> für Wasserstoff, R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> für geradkettige Alkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen und p = 8 bis 18 und q = 0 ist.

5 4. Weichspülmittel nach Anspruch 3, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> für Methyl- oder Ethylreste oder Hydroxyethylreste stehen und p eine Zahl im Bereich von 10 bis 16 ist.

5. Weichspülmittel nach Ansprüchen 1 und 2, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>1</sup> für einen geradkettigen Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen und R<sup>2</sup> für eine Carbonyloxymethylgruppe stehen.

6. Weichspülmittel nach Anspruch 5, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> für geradkettige Alkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 1 bis 3 C-Atomen im geradkettigen Alkylrest stehen und q = 0 und p eine Zahl im Bereich von 8 bis 18 ist.

7. Weichspülmittel nach Ansprüchen 5 und 6, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (I), in der R<sup>3</sup> und R<sup>4</sup> unabhängig voneinander für Methyl- oder Ethylreste oder Hydroxyethylreste stehen und p eine Zahl im Bereich von 10 bis 16 ist.

8. Weichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, enthaltend ein oder mehrere Amine der allgemeinen Formel (II),



in der R<sup>1</sup> für einen Alkylrest mit 12 bis 20 C-Atomen, bevorzugt mit 14 bis 18 C-Atomen, steht.

9. Weichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, enthaltend neben oder an Stelle der Amine der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) eine oder mehrere Ammoniumverbindungen, die von Aminen der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) durch Quaternisierung mit einer Verbindung der allgemeinen Formel (IV)



30 in der

R<sup>6</sup> für geradkettige oder verzweigte Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen oder Phenalkylreste mit 1 oder 2 C-Atomen im Alkylrest,

X für einen Säurerest und

m für die Wertigkeit des Säurerestes X steht, abgeleitet sind.

35 10. Weichspülmittel nach Anspruch 9, enthaltend eine oder mehrere Ammoniumverbindungen, die von Aminen der allgemeinen Formeln (I) und/oder (II) durch Quaternisierung mit einer Verbindung aus der Gruppe Methylchlorid, Ethylchlorid, Benzylchlorid und Dimethylsulfat abgeleitet sind.

11. Weichspülmittel nach Ansprüchen 1 bis 10, enthaltend eine oder mehrere geradkettige, gesättigte oder ungesättigte Carbonsäuren mit 1 bis 24 C-Atomen.

40 12. Weichspülmittel nach Anspruch 11, enthaltend eine oder mehrere geradkettige, gesättigte Carbonsäuren mit 8 bis 18 C-Atomen.

13. Weichspülmittel nach Ansprüchen 11 und 12, enthaltend eine oder mehrere Carbonsäuren aus Sojaöl, Leinöl, Sonnenblumenöl, Kokosöl, Palmöl oder Talg.

45 14. Weichspülmittel nach Ansprüchen 1 bis 13, enthaltend ein oder mehrere Amine und/oder Ammoniumverbindungen und eine oder mehrere Monocarbonsäuren im Molverhältnis 0,75 bis 4 : 1, bevorzugt 1 : 1.

50

55