

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第4928397号
(P4928397)

(45) 発行日 平成24年5月9日 (2012.5.9)

(24) 登録日 平成24年2月17日 (2012.2.17)

(51) Int.Cl.

F I

DO 6M 13/463 (2006.01) DO 6M 13/463

DO 6M 13/262 (2006.01) DO 6M 13/262

DO 6M 13/332 (2006.01) DO 6M 13/332

請求項の数 7 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2007-243379 (P2007-243379)	(73) 特許権者	000000918
(22) 出願日	平成19年9月20日 (2007.9.20)		花王株式会社
(65) 公開番号	特開2009-74195 (P2009-74195A)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
(43) 公開日	平成21年4月9日 (2009.4.9)		〇号
審査請求日	平成22年6月4日 (2010.6.4)	(74) 代理人	100087642
			弁理士 古谷 聡
		(74) 代理人	100076680
			弁理士 溝部 孝彦
		(74) 代理人	100091845
			弁理士 持田 信二
		(74) 代理人	100098408
			弁理士 義経 和昌
		(72) 発明者	牛尾 典明
			和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会
			社研究所内

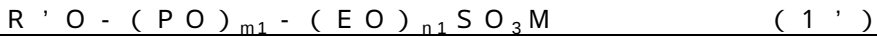
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 柔軟剤組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 成分として、分子中に、アミノ基及び4級アンモニウム基から選ばれる基と炭素数8～42の炭化水素基とを有する化合物、(b) 成分として、下記一般式(1′)で表されるアルキルエーテル硫酸エステル塩を含有し、(a) 成分、(b) 成分のモル比が(a)/(b)=99/1～40/60である柔軟剤組成物。



(式中、R′は炭素数8～24のアルキル基であり、PO、EOはそれぞれプロピレンオキシ基、エチレンオキシ基であり、m1、n1はアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示し、それぞれ0<m1<3、0<n1≤5の数である。Mは陽イオン基である。)

【請求項 2】

(b) 成分が、一般式(1′)中のm1が0.1～0.9、n1が1.0～5のアルキルエーテル硫酸エステル塩である請求項1記載の柔軟剤組成物。

【請求項 3】

(a) 成分が、下記(a-1)成分～(a-4)成分から選ばれる1種以上の化合物である請求項1又は2記載の柔軟剤組成物。

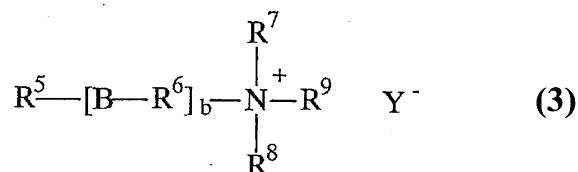
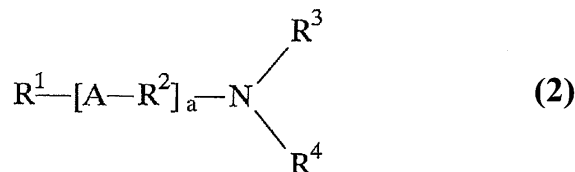
(a-1) 成分：一般式(2)で表される3級アミン又はその塩

(a-2) 成分：一般式(3)で表される4級アンモニウム塩

(a-3) 成分：一般式(4)で表される3級アミン又はその塩

(a-4) 成分：一般式(5)で表される4級アンモニウム塩

【化 1】

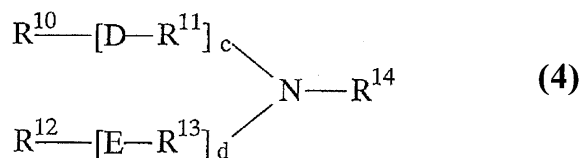


10

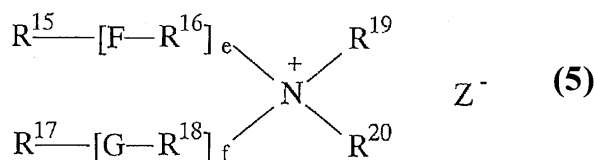
[式中、 R^1 及び R^5 はそれぞれ独立に、炭素数 8 ~ 36 のアルキル基又はアルケニル基であり、 R^2 及び R^6 はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 6 のアルキレン基であり、 R^3 、 R^4 、 R^7 、 R^8 及び R^9 はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 3 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は $-[(PO)_p/(EO)_q]H$ であり p 、 q は平均付加モル数を示し、独立に $0 \leq p \leq 15$ 、 $0 \leq q \leq 15$ の数 (但し、 $p = 0$ 且つ $q = 0$ の場合を除く) である。PO、EO の付加形態はブロック、又はランダム付加体である。A 及び B はそれぞれ独立に、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CONH-$ 、 $-NHCO-$ 又は $-N^+(R^A)(R^B)-$ から選ばれる基であり、 R^A 、 R^B はそれぞれ独立に、水素原子、炭素数 1 ~ 3 のアルキル基又はヒドロキシアルキル基であり、 a 及び b はそれぞれ独立に 0 又は 1 の数であり、 Y^- は陰イオン基である。]

20

【化 2】



30



[式中、 R^{10} 、 R^{12} 、 R^{15} 及び R^{17} はそれぞれ独立に、炭素数 8 ~ 36 のアルキル基又はアルケニル基であり、 R^{11} 、 R^{13} 、 R^{16} 及び R^{18} はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 6 のアルキレン基であり、 R^{14} は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は式 $R^{10}-[D-R^{11}]_c-$ で表される基であり、 R^{19} は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は式 $R^{15}-[F-R^{16}]_e-$ で表される基であり、 R^{20} は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基又はヒドロキシアルキル基であり、D、E、F 及び G はそれぞれ独立に、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CONH-$ 及び $-NHCO-$ から選ばれる基であり、 c 、 d 、 e 及び f はそれぞれ独立に、0 又は 1 の数であり、 Z^- は陰イオン基である。]

40

【請求項 4】

(a) 成分が、(a-1) 成分と (a-2) 成分からなる群から選ばれる 1 種以上の化合物と、(a-3) 成分と (a-4) 成分からなる群から選ばれる 1 種以上の化合物とを含有する請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項記載の柔軟剤組成物。

50

【請求項 5】

更に (c) 成分として、 $\text{Log } P$ が $-0.5 \sim 3.0$ の有機溶剤を含有し、(a) 成分と (b) 成分の合計質量と (c) 成分の質量の比が、 $[(a) \text{ 成分の質量} + (b) \text{ 成分の質量}] / [(c) \text{ 成分の質量}] = 4/1 \sim 1/4$ である、請求項 1 ~ 4 の何れか 1 項記載の柔軟剤組成物。

【請求項 6】

(a) 成分と (b) 成分の合計含有量が $10 \sim 25$ 質量% であり、(c) 成分の含有量が $5 \sim 35$ 質量% である、請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項記載の柔軟剤組成物。

【請求項 7】

透明又は半透明の液体組成物である、請求項 1 ~ 6 の何れか 1 項記載の柔軟剤組成物。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は柔軟剤組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、柔軟剤には長鎖アルキル基を有する 4 級アンモニウム塩や 3 級アミンの酸塩が用いられている。これら柔軟剤は少量で各種繊維に対して良好な柔軟効果を有するが、繊維を油っぽい仕上がりにすることが知られており、衣類の風合いを改善し、且つ低温から高温における幅広い温度領域において製品保存安定性が良好な柔軟剤組成物が望まれている。

20

【0003】

この欠点を解決するために、特許文献 1、特許文献 2 にはジアルキル 4 級アンモニウム化合物と陰イオン性界面活性剤とを組合せて使用する方法が、特許文献 3 には 1 分子中に 2 個以上の陽イオン基を持つ柔軟化成分と陰イオン性界面活性剤を組み合わせた柔軟剤組成物が開示されている。

【0004】

また、モノ長鎖アルキル 3 級アミンを柔軟剤として使用することはすでに知られている。特許文献 4 にはエステル基又はアミド基を有するモノ長鎖アルキル 3 級アミンと特定のエステル化合物を用いた柔軟剤組成物が開示されている。また、特許文献 5 にはアミン化合物と陰イオン性界面活性剤を混和しない状態で基体に担持させた柔軟剤組成物が開示されている。

30

【0005】

特許文献 6 には、エステル基又はアミド基を有するモノ長鎖アルキル 3 級アミンもしくは 4 級アンモニウム塩と陰イオン性界面活性剤を含有する柔軟剤組成物が開示されている。特許文献 7 には、ヒドロキシエチル基を含有するモノ長鎖アルキル 4 級アンモニウム塩と陰イオン性界面活性剤を含有する柔軟剤組成物が開示されている。

【特許文献 1】特公昭 61 - 37387 号公報

【特許文献 2】特公昭 61 - 16243 号公報

【特許文献 3】特開平 9 - 111660 号公報

【特許文献 4】特開平 7 - 268773 号公報

40

【特許文献 5】特開平 5 - 132865 号公報

【特許文献 6】特許第 3683810 号公報

【特許文献 7】特表 2007 - 9364 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、特許文献 1、2 の技術は柔軟性及び仕上がった衣料の風合いの両立について未だ充分とはいえない。また、特許文献 4、5 に開示されている組成物は油っぽい風合いの改善について未だ充分とはいえない。また、特許文献 3、6 には製品保存安定性に関する言及はない。特許文献 7 は、低温における製品保存安定性は満足されるものではな

50

い。

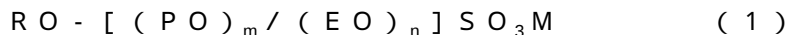
【 0 0 0 7 】

従って、本発明の課題は、高い柔軟効果を有し且つ衣料の風合いを改善し、更に低温から高温における幅広い温度領域において製品保存安定性が良好な柔軟剤組成物を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

本発明は、(a) 成分として、分子中に、アミノ基及び 4 級アンモニウム基から選ばれる基と炭素数 8 ~ 4 2 の炭化水素基とを有する化合物、(b) 成分として、下記一般式 (1) で表されるアルキルエーテル硫酸エステル塩を含有し、(a) 成分、(b) 成分のモル比が (a) / (b) = 9 9 / 1 ~ 4 0 / 6 0 である柔軟剤組成物に関する。



(式中、R は炭素数 8 ~ 3 6 のアルキル基であり、PO、EO はそれぞれプロピレンオキシ基、エチレンオキシ基であり、m、n はアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示し、それぞれ $0 < m \leq 5$ 、 $0 < n \leq 5$ の数である。PO、EO の付加形態はブロック、又はランダム付加体であり、M は陽イオン基である。)

【発明の効果】

【 0 0 0 9 】

本発明によれば、高い柔軟効果を有し且つ衣料の風合いを改善し、更に低温から高温における幅広い温度領域において製品保存安定性が良好な柔軟剤組成物が得られる。更に、本発明の柔軟剤組成物は、透明又は半透明の液体組成物として得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 0 】

〔 (a) 成分 〕

本発明の (a) 成分は、分子中に、アミノ基及び 4 級アンモニウム基から選ばれる基と炭素数 8 ~ 4 2 の炭化水素基を有する化合物である。

【 0 0 1 1 】

本発明の (a) 成分は、下記 (a - 1) 成分 ~ (a - 4) 成分から選ばれる 1 種以上の化合物が好ましい。

(a - 1) 成分：一般式 (2) で表される 3 級アミン又はその塩

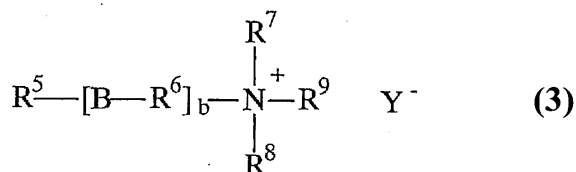
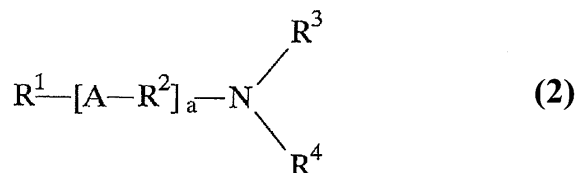
(a - 2) 成分：一般式 (3) で表される 4 級アンモニウム塩

(a - 3) 成分：一般式 (4) で表される 3 級アミン又はその塩

(a - 4) 成分：一般式 (5) で表される 4 級アンモニウム塩

【 0 0 1 2 】

【化 3】



【 0 0 1 3 】

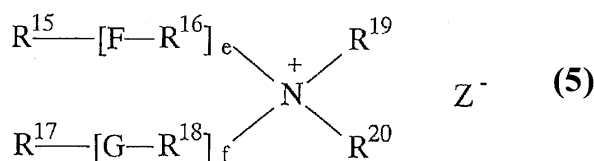
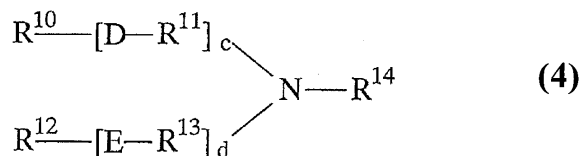
〔 式中、 R^1 及び R^5 はそれぞれ独立に、炭素数 8 ~ 3 6 のアルキル基又はアルケニル基であり、 R^2 及び R^6 はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 6 のアルキレン基であり、 R^3 、 R^4 、 R^7 、 R^8 、 R^9 はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 6 のアルキル基又はアルケニル基であり、 A 、 B はそれぞれ独立に、炭素数 1 ~ 6 のアルキレン基であり、 Y^- は陰イオン基である。〕

⁷、 R^8 及び R^9 はそれぞれ独立に、炭素数1～3のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は $-[(PO)_p/(EO)_q]H$ であり p 、 q は平均付加モル数を示し、独立に0～15、0～15の数(但し、 $p=0$ 且つ $q=0$ の場合を除く)である。 PO 、 EO の付加形態はブロック、又はランダム付加体である。 A 及び B はそれぞれ独立に、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CONH-$ 、 $-NHCO-$ 又は $-N^+(R^A)(R^B)-$ から選ばれる基であり、 R^A 、 R^B はそれぞれ独立に、水素原子、炭素数1～3のアルキル基又はヒドロキシアルキル基であり、 a 及び b はそれぞれ独立に0又は1の数であり、 Y^- は陰イオン基である。]

【0014】

【化4】

10



20

【0015】

[式中、 R^{10} 、 R^{12} 、 R^{15} 及び R^{17} はそれぞれ独立に、炭素数8～36のアルキル基又はアルケニル基であり、 R^{11} 、 R^{13} 、 R^{16} 及び R^{18} はそれぞれ独立に、炭素数1～6のアルキレン基であり、 R^{14} は炭素数1～3のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は式 $R^{10}-[D-R^{11}]_c-$ で表される基であり、 R^{19} は炭素数1～3のアルキル基、ヒドロキシアルキル基又は式 $R^{15}-[F-R^{16}]_e-$ で表される基であり、 R^{20} は炭素数1～3のアルキル基又はヒドロキシアルキル基であり、 D 、 E 、 F 及び G はそれぞれ独立に、 $-COO-$ 、 $-OCO-$ 、 $-CONH-$ 及び $-NHCO-$ から選ばれる基であり、 c 、 d 、 e 及び f はそれぞれ独立に、0又は1の数であり、 Z^- は陰イオン基である。]

30

【0016】

(a-1)成分において、一般式(2)中の R^1 は炭素数13～36、好ましくは12～24のアルキル基又はアルケニル基である。 R^2 は炭素数1～4のアルキレン基が好ましい。 R^3 及び R^4 は、それぞれ独立に、メチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基が好ましい。 a は1が好ましい。

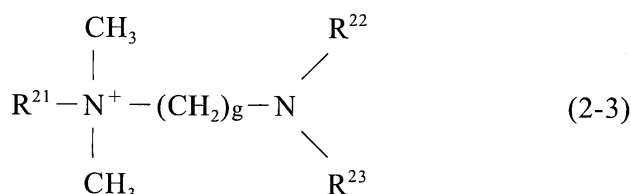
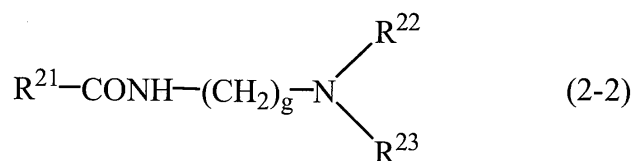
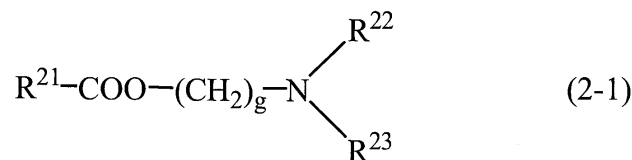
【0017】

(a-1)成分の中で特に好ましい化合物として、一般式(2-1)、(2-2)で表される化合物及び一般式(2-3)で表される化合物から選ばれる1種以上が挙げられる。

40

【0018】

【化5】



【0019】

[式中、 R^{21} は炭素数7～36、好ましくは11～23のアルキル基又はアルケニル基であり、 g は2又は3である。 R^{22} 及び R^{23} は、それぞれ独立に、メチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基、好ましくはメチル基又はヒドロキシエチル基である]

【0020】

一般式(2-1)又は(2-2)で表される化合物は、例えば、 $\text{R}^{21}-\text{COOH}$ で表される脂肪酸又はそのアルキル(炭素数1～5)エステルもしくは酸クロリドとN-ヒドロキシアルキル-N,N-ジアルキルアミン又はN-アミノアルキル-N,N-ジアルキルアミンとを反応させることで容易に合成することができ、 R^{21} は単独のアルキル鎖長でもよく、混合アルキル鎖長でもよい。

【0021】

(a-1)成分は、無機酸又は有機酸による塩であってもよい。また、塩として使用する場合は、柔軟剤組成物に配合する前にアミノ基を酸剤により中和したものを用いることもでき、柔軟剤組成物に(a-1)成分を配合した後、アミノ基を酸剤で中和してもよい。中和のための酸としては塩酸、硫酸、リン酸、グリコール酸、ヒドロキシカルボン酸、炭素数1～12の脂肪酸又は炭素数1～3のアルキル硫酸、芳香族アルキルスルホン酸が好ましく、特に塩酸、硫酸、グリコール酸、パラトルエンスルホン酸が好ましい。中和に用いるこれらの酸剤は、単独で用いても複数で用いてもよい。

【0022】

(a-2)成分において、一般式(3)中の R^5 は炭素数8～36、好ましくは12～24のアルキル基又はアルケニル基である。 R^6 は炭素数1～6であり、炭素数1～4のアルキレン基が好ましい。 R^7 、 R^8 及び R^9 はそれぞれ独立に、炭素数1～3のアルキル基又はヒドロキシアルキル基であり、メチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基が好ましい。(a-2)成分の中で特に好ましい化合物として、一般式(3-1)、(3-2)で表される化合物及び一般式(3-3)で表される化合物から選ばれる1種以上が挙げられる。

【0023】

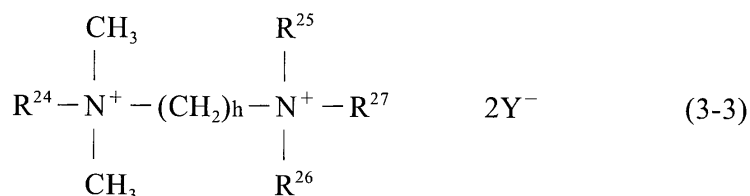
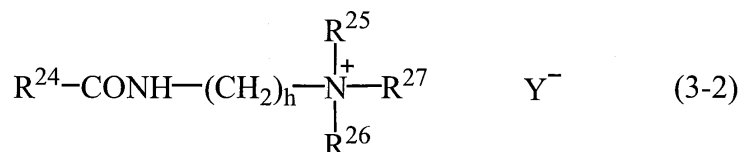
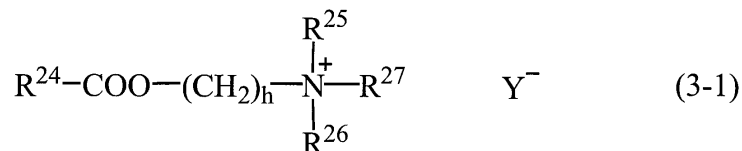
10

20

30

40

【化 6】



【 0 0 2 4 】

[式中、 R^{24} は炭素数 7 ~ 36、好ましくは 11 ~ 23 のアルキル基又はアルケニル基であり、 h は 2 又は 3 であり、 R^{25} 、 R^{26} 及び R^{27} は、それぞれ独立に、メチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基、好ましくはメチル基又はヒドロキシエチル基である。 Y^- は陰イオン基、好ましくはハロゲンイオン、硫酸イオン、リン酸イオン、炭素数 1 ~ 3 のアルキル硫酸エステルイオン、炭素数 1 ~ 12 の脂肪酸イオン、炭素数 1 ~ 3 のアルキル基で置換されていても良いアリアルスルホン酸イオンから選ばれる 1 種以上である。]

【 0 0 2 5 】

一般式 (3-1) 又は (3-2) で表される化合物は、例えば、 $\text{R}^{24}-\text{COOH}$ で表される脂肪酸又はそのアルキル (炭素数 1 ~ 5) エステルもしくは酸クロリドと N -ヒドロキシアアルキル- N 、 N -ジアルキルアミン又は N -アミノアルキル- N 、 N -ジアルキルアミンとを反応させ、更にアルキルハライド、ジアルキル硫酸、アルキレンオキシド等のアルキル化剤で 4 級化することで容易に合成することができる。また、 N 、 N 、 N -トリアルキル- N -ヒドロキシアアルキル 4 級アンモニウム塩、 N 、 N 、 N -トリアルキル- N -アミノアルキル 4 級アンモニウム塩と $\text{R}^{24}-\text{COOH}$ で表される脂肪酸又はそのアルキル (炭素数 1 ~ 5) エステルもしくは酸クロリドとの反応で合成することも可能である。 R^{24} は単独のアルキル鎖長でもよく、混合アルキル鎖長でもよい。

一般式 (3-3) で表される化合物は、例えば、 $\text{R}^{24}-\text{N}(\text{CH}_3)_3$ で表されるアルキルメチルアミンとアクリロニトリルとを反応させ、更にアルキルハライド、ジアルキル硫酸、アルキレンオキシド等のアルキル化剤で 4 級化することで容易に合成することができる。

【 0 0 2 6 】

(a-3) 成分において、一般式 (4) 中の R^{10} 及び R^{12} はそれぞれ独立に、炭素数 8 ~ 36、好ましくは 8 ~ 24、更に好ましくは 13 ~ 24 のアルキル基又はアルケニル基であり、特に好ましくは炭素数 8 ~ 18、より好ましくは 13 ~ 18 のアルキル基もしくは炭素数 16 ~ 20 のアルケニル基である。 R^{11} 及び R^{13} はそれぞれ独立に、好ましくは炭素数 1 ~ 4 のアルキレン基、特に好ましくはエチレン基又はプロピレン基である。 c 及び d は 1 が好ましく、 D 及び E はそれぞれ独立に、 $-\text{COO}-$ 及び $/$ 又は $-\text{CONH}-$ が好ましい。 R^{14} はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基又は式 $\text{R}^{10}-[\text{D}-\text{R}^{11}]_c-$ で表される基が好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 7 】

(a - 3) 成分は、無機又は有機の酸で中和した塩であってもよい。また、塩として使用する場合は、柔軟剤組成物に配合する前にアミノ基を酸剤により中和したものをを用いることもでき、柔軟剤組成物に (a - 3) 成分を配合した後、アミノ基を酸剤で中和してもよい。中和のための酸としては塩酸、硫酸、リン酸、グリコール酸、ヒドロキシカルボン酸、炭素数 1 ~ 12 の脂肪酸又は炭素数 1 ~ 3 のアルキル硫酸、芳香族スルホン酸が好ましく、特に塩酸、硫酸、グリコール酸、パラトルエンスルホン酸が好ましい。中和に用いるこれらの酸剤は、単独で用いても複数で用いてもよい。

【 0 0 2 8 】

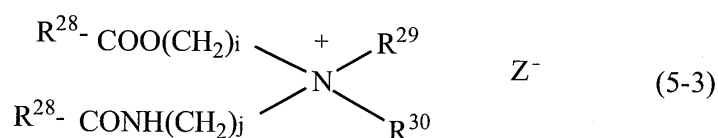
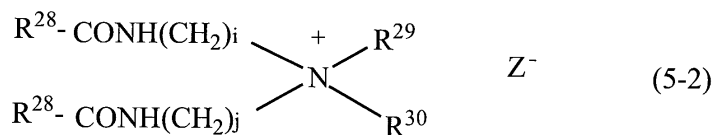
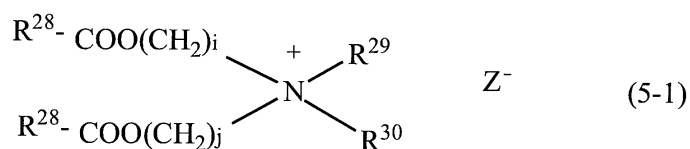
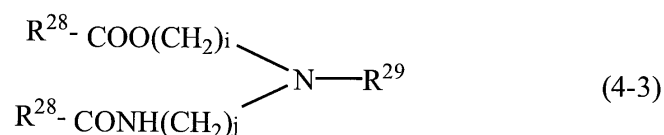
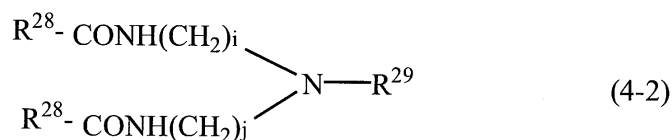
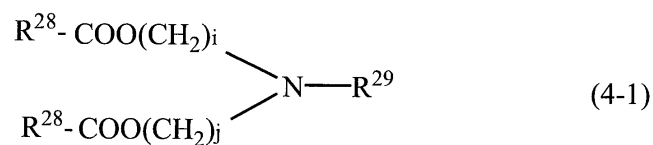
また、(a - 4) 成分において、一般式 (5) 中の R^{15} 及び R^{17} はそれぞれ独立に、炭素数 8 ~ 36、好ましくは 8 ~ 24 のアルキル基又はアルケニル基であり、特に好ましくは炭素数 8 ~ 18 のアルキル基より好ましくは 13 ~ 18 のアルキル基もしくは炭素数 16 ~ 20 のアルケニル基である。 R^{16} 及び R^{18} はそれぞれ独立に、好ましくは炭素数 1 ~ 4 のアルキレン基、特に好ましくは炭素数 2 又は 3 のアルキレン基である。e 及び f は 1 が好ましく、F 及び G はそれぞれ独立に、- C O O - 及び / 又は - C O N H - が好ましい。 R^{19} はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基又は式 $R^{15} - [F - R^{16}]_e -$ で表される基が好ましい。 R^{20} はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基が好ましい。 Z^- は陰イオン基、好ましくはハロゲンイオン、硫酸イオン、リン酸イオン、炭素数 1 ~ 3 のアルキル硫酸エステルイオン、炭素数 1 ~ 12 の脂肪酸イオン、炭素数 1 ~ 3 のアルキル基で置換していても良いアリアルスルホン酸イオンから選ばれる 1 種以上である。

【 0 0 2 9 】

(a - 3) 成分の中でより好ましい化合物として、一般式 (4 - 1) ~ (4 - 3) で表される化合物、(a - 4) 成分の中でより好ましい化合物として、一般式 (5 - 1) ~ (5 - 3) で表される化合物を挙げることができる。

【 0 0 3 0 】

【化 7】



【 0 0 3 1 】

[式中 R^{28} は炭素数 9 ~ 21 のアルキル基又はアルケニル基、好ましくは炭素数 9 ~ 16 のアルキル基もしくはオレイル基であり、 i 、 j は 2 又は 3 の数であり、 R^{29} はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基又は式 $\text{R}^{28}\text{-COO}(\text{CH}_2)_i$ で表される基であり、 R^{30} は、メチル基、エチル基又はヒドロキシエチル基であり、 Z^- は前述と同一の意味である。]

【 0 0 3 2 】

更に柔軟効果の点から本発明の (a) 成分は、(a-1) 成分と (a-2) 成分からなる群から選ばれる 1 種以上の化合物 [化合物 $a_{(1+2)}$] と、(a-3) 成分と (a-4) 成分からなる群から選ばれる 1 種以上の化合物 [化合物 $a_{(3+4)}$] とを併用する事が好ましい。その場合、化合物 $a_{(1+2)}$ / 化合物 $a_{(3+4)}$ の質量比は、10 / 1 ~ 1 / 10 であり、より好ましくは 9 / 1 ~ 1 / 9、更に好ましくは 8 / 2 ~ 1 / 9、特に好ましくは 7 / 3 ~ 1 / 9 である。

【 0 0 3 3 】

10

20

30

40

50

又、(a - 1)成分と(a - 2)成分からなる群から化合物を選ぶ場合、柔軟効果の点から、(a - 1)成分、又は(a - 1)成分と(a - 2)成分を併用しても良い。併用する場合は(a - 1)成分/(a - 2)成分の質量比は1/1000~1000/1が好ましい。

【0034】

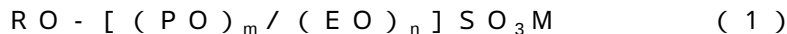
(a - 3)成分と(a - 4)成分からなる群から化合物を選ぶ場合、柔軟効果の点から、(a - 3)成分、又は(a - 3)成分と(a - 4)成分を併用しても良い。併用する場合は(a - 3)成分/(a - 4)成分の質量比は1/1000~1000/1が好ましい。

【0035】

10

[(b)成分]

本発明の(b)成分は、下記一般式(1)で表されるアルキルエーテル硫酸エステル塩である。



(式中、Rは炭素数8~36のアルキル基であり、PO、EOはそれぞれプロピレンオキシ基、エチレンオキシ基であり、m、nはアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示し、それぞれ独立に0 < m ≤ 5、0 < n ≤ 5の数である。PO、EOの付加形態はブロック、又はランダム付加体であり、Mは陽イオン基である。)

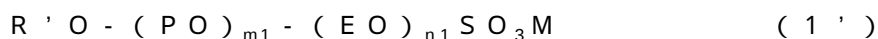
【0036】

一般式(1)中のRは炭素数12~28のアルキル基が好ましい。(b)成分としては、炭素数12~28のアルキル基を有し、プロピレンオキシド平均付加モル数mが0超であって5以下の数、更に製品貯蔵安定性の面から好ましくは0.2~4、更に好ましくは0.2~3であり、特に好ましくは0.4~3であり、エチレンオキシド平均付加モル数nが0超であって5以下の数、更に製品貯蔵安定性の面から好ましくは0.5~5、特に好ましくは1~4であるポリオキシプロピレンポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル及びこれらの塩から選ばれる1種以上が好ましい。塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩が貯蔵安定性の点から良好である。

20

【0037】

本発明の(b)成分のより好適な具体例としては、下記一般式(1')で表されるアルキルエーテル硫酸エステル塩である。



(式中、R'は炭素数8~24のアルキル基、好ましくは直鎖アルキル基であり、POとEOはそれぞれプロピレンオキシ基、エチレンオキシ基であり、m1、n1はアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示し、それぞれ0 < m1 < 3、0 < n1 ≤ 5の数である。Mは陽イオン基を示す。)

30

【0038】

ここで一般式(1')中のR'のアルキル基は、製品貯蔵安定性の観点から、炭素数8~18が好ましく、より好ましくは炭素数8~16であり、更に好ましくは炭素数10~14であり、特に好ましくは炭素数12~14である。さらに、直鎖アルキル基であることが好ましい。

40

【0039】

また、一般式(1')中のm1は平均PO付加モル数であり、製品貯蔵安定性の観点から、0超であって3未満の数であり、好ましくは0超であって1以下、より好ましくは0.1~0.9であり、更に好ましくは0.2~0.9である。

【0040】

また、一般式(1')中のn1は平均EO付加モル数であり、製品貯蔵安定性の観点から、0超であって5以下の数であり、好ましくは、0超であって2.3以下の数であり、より好ましくは0.1~2.3であり、更に好ましくは0.5~2.0であり、特に好ましくは1.0~2.0である。

50

【 0 0 4 1 】

また、一般式 (1 ') 中の M は、塩を形成する陽イオン基であり、製品貯蔵安定性の観点から、アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオン、アンモニウムイオン、およびトリエタノールアンモニウムイオン等のアルカノールアンモニウムイオン等が挙げられる。アルカリ金属としてはナトリウム、カリウム、リチウムなどが、またアルカリ土類金属としてはカルシウムが挙げられるが、これらの中でナトリウム、カリウムがより好ましく、ナトリウムが特に好ましい。

【 0 0 4 2 】

[(c) 成分]

本発明の (c) 成分は、 $\log P$ が $-0.5 \sim 3.0$ であり、 $-0.1 \sim 3.0$ が好ましく、より好ましくは $0.1 \sim 2.0$ 、更に好ましくは $0.5 \sim 1.8$ 、特に好ましくは $0.5 \sim 1.6$ の有機溶剤である。

【 0 0 4 3 】

ここで、 $\log P$ とは、有機化合物の水と 1 - オクタノールに対する親和性を示す係数である。1 - オクタノール / 水分配係数 P は、1 - オクタノールと水の 2 液相の溶媒に微量の化合物が溶質として溶け込んだときの分配平衡で、それぞれの溶媒中における化合物の平衡濃度の比であり、底 10 に対するそれらの対数 $\log P$ の形で示すのが一般的である。多くの化合物の $\log P$ 値が報告され、Daylight Chemical Information Systems, Inc. (Daylight CIS) などから入手しうるデータベースには多くの値が掲載されているので参照できる。実測の $\log P$ 値がない場合には、Daylight CIS から入手できるプログラム

【 0 0 4 4 】

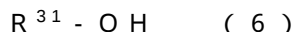
“CLOGP” で計算すると最も便利である。

このプログラムは、実測の $\log P$ 値がある場合にはそれと伴に、Hansch, Leo のフラグメントアプローチにより算出される “計算 $\log P$ ($C \log P$)” の値を出力する。フラグメントアプローチは化合物の化学構造に基づいており、原子の数及び化学結合のタイプを考慮している (cf. A. Leo, Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol.4, C. Hansch, P.G. Sammens, J.B. Taylor and C.A. Ramsden, Eds., p.295, Pergamon Press, 1990)。この $C \log P$ 値は現在最も汎用的で信頼できる推定値であるので、化合物の選択に際して実測の $\log P$ 値の代わりに用いることができる。本発明では、 $\log P$ の実測値があればそれを、無い場合はプログラム CLOGP v4.01 により計算した $C \log P$ 値を用いた

【 0 0 4 5 】

具体的に好ましい有機溶剤としては下記一般式 (6)、一般式 (7) 及び一般式 (8) で表される化合物から選ばれる化合物が好適である。

【 0 0 4 6 】



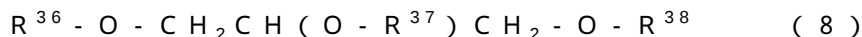
[式中、 R^{31} は炭素数 4 ~ 8 の炭化水素基、好ましくはアルキル基、アリール基又はアリールアルキル基である。]

【 0 0 4 7 】



[式中、 R^{32} 及び R^{34} はそれぞれ独立に、水素原子、 $R^{35}CO -$ (ここで R^{35} は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基) 又は炭素数 1 ~ 7 の炭化水素基、好ましくは水素原子、アルキル基、アリール基又はアリールアルキル基であり、 R^{33} は炭素数 2 ~ 9 の分岐鎖を有していてもよいアルキレン基である。ただし、 R^{33} が炭素数 2 ~ 3 のアルキレン基で、かつ R^{32} 及び R^{34} の両方が水素原子である場合を除く。z は 1 ~ 5 の数である。]

【 0 0 4 8 】



[式中、 R^{36} は炭素数 3 ~ 8 のアルキル基であり、 R^{37} 及び R^{38} はそれぞれ独立に、水素原子又はヒドロキシ基で置換されていてもよい炭素数 1 ~ 3 のアルキル基である。]

【 0 0 4 9 】

より具体的な化合物としては、n - ブタノール、イソブタノール、2 - ブタノール、n - ヘキサノール、シクロヘキサノール、フェノール、ベンジルアルコール、フェネチルアルコール、2 - フェノキシエタノール、2 - ベンジルオキシエタノール、ジエチレングリコールモノベンジルエーテル、ジエチレングリコールモノフェニルエーテル、トリエチレングリコールモノフェニルエーテル、テトラエチレングリコールモノフェニルエーテル、2 - エチルヘキサン - 1, 3 - ジオール、ヘキサン - 1, 6 - ジオール、ノナン - 1, 6 - ジオール、2 - メチルオクタン - 1, 8 - ジオール、2 - ブトキシエタノール、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、2 - (2 - メチル)プロポキシエタノール、ジエチレングリコールモノ - 2 - メチルプロピルエーテル、2 - プロポキシ - 1 - プロパノール、ジプロピレングリコールモノプロピルエーテル、2 - ブトキシ - 1 - プロパノール、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、2 - t - ブトキシ - 1 - プロパノール、2 - フェノキシ - 1 - プロパノール、2 - エトキシプロピル - 1 - アセテート、2 - プロポキシプロピル - 1 - アセテート、1, 2 - ジアセトオキシプロパン、3 - ジメチル - 3 - メトキシ - 1 - プロパノール、1, 3 - ジメチルブチルグリセリルエーテル、ペンチルグリセリルエーテル、ヘキシルグリセリルエーテルなどを挙げることができる。

【0050】

これらの中でも(c)成分は、柔軟剤組成物の透明化維持及び貯蔵安定性の点から2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタンジオール、2, 2 - ジメチル - 1, 3 - プロパンジオール、1, 6 - ヘキサンジオール、1, 4 - シクロヘキサンジメタノール、2 - メチル - 2, 4 - ペンタンジオール、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシエチレンモノブチルエーテル、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシプロピレンモノブチルエーテル、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシプロピレンモノプロピルエーテル、及び平均付加モル数1 ~ 4のポリオキシエチレンモノフェニルエーテルからなる群から選択される1種以上のアルコール系有機溶剤が好ましく、より好ましい(c)成分は、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシエチレンモノブチルエーテル、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシプロピレンモノブチルエーテル、平均付加モル数1 ~ 3のポリオキシプロピレンモノプロピルエーテル、及び平均付加モル数1 ~ 4のポリオキシエチレンモノフェニルエーテルからなる群から選ばれる1種以上である。

【0051】

[柔軟剤組成物]

本発明の柔軟剤組成物は(a)成分、(b)成分のモル比が(a)成分/(b)成分 = 99/1 ~ 40/60であり、更に90/10 ~ 50/50、特に70/30 ~ 50/50であることが、柔軟性及び風合いの点から好適である。

【0052】

更に(c)成分を含有する場合は、(a)成分と(b)成分の合計質量と(c)成分の質量の比は、[(a)成分の質量 + (b)成分の質量]/[(c)成分の質量] = 4/1 ~ 1/4が好ましく、より好ましくは、80/20 ~ 30/70、更に好ましくは、80/20 ~ 40/60、より更に好ましくは、75/25 ~ 40/60であることが製品保存安定性の点から好適である。

【0053】

また、本発明の柔軟剤組成物は、透明又は半透明の液体柔軟剤組成物であることが好ましく、そのためには、(a)成分及び(b)成分の合計含有量が10 ~ 25質量%、更に12 ~ 22質量%、特に14 ~ 20質量%であることが好ましい。また、(c)成分の含有量が10 ~ 35質量%、更に12 ~ 25質量%、特に15 ~ 22質量%であることが好ましい。なお、本発明において、透明又は半透明とは、測定セルの光路長10mmの石英セルを使用し、対照側セルにイオン交換水を入れた場合に660nmの波長の光透過率が30%以上であることをいう。

【0054】

また、本発明の柔軟剤組成物は、水含有する。水中に微量に存在するカルシウム、マ

10

20

30

40

50

グネシウムなどの硬度成分や鉄などの重金属を除去した水が好ましく、イオン交換水又は蒸留水を用いることができる。また、水を殺菌あるいは滅菌する目的から少量の塩素を含有しても差し支えない。貯蔵安定性の点で、水は組成物中に30～95質量%、好ましくは30～90質量%、より好ましくは40～85質量%、更に好ましくは40～80質量%配合される。

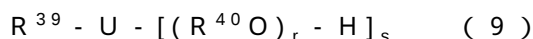
【0055】

本発明の組成物は、貯蔵安定性の点から、組成物の20におけるpHを1～8.5、更に1～8、特に2～8に調整することが好ましい。

【0056】

本発明の柔軟剤組成物は、上記(a)成分、(b)成分、及び(c)成分に加えて(d)成分として更に非イオン界面活性剤を含有することが貯蔵安定性の点から好ましい。非イオン界面活性剤としては炭素数8～20のアルキル基又はアルケニル基を有するポリオキシエチレンアルキルエーテルが好ましく、特に一般式(9)で表される非イオン界面活性剤が好ましい。

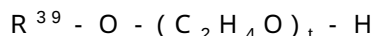
【0057】



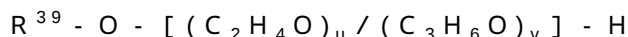
[式中、 R^{39} は炭素数10～24、好ましくは10～18、より好ましくは12～18のアルキル基又はアルケニル基であり、 R^{40} は炭素数2又は3のアルキレン基であり、好ましくはエチレン基である。 r は2～100、好ましくは5～80、特に好ましくは10～60の数を示す。 U は $-O-$ 、 $-CON<$ 又は $-N<$ であり、 U が $-O-$ の場合は s は1であり、 U が $-CON<$ 又は $-N<$ の場合は s は2である。]

【0058】

一般式(9)で表される化合物の具体例として以下の化合物を挙げることができる。



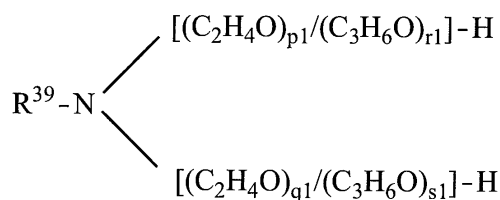
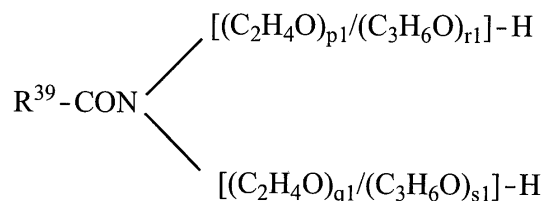
[式中、 R^{39} は前記の意味を示す。 t は8～100、好ましくは10～60の数である。]



[式中、 R^{39} は前記の意味を示す。 u 及び v はそれぞれ独立に2～40、好ましくは5～40の数であり、エチレンオキシ基(C_2H_4O)とプロピレンオキシ基(C_3H_6O)はランダムあるいはブロック付加体であってもよい。]

【0059】

【化8】



【0060】

[式中、 R^{39} は前記の意味を示す。 $p1$ 、 $q1$ 、 $r1$ 及び $s1$ はそれぞれ独立に0～40、好ましくは5～40の数であり、 $p1 + q1 + r1 + s1$ は5～60、好ましくは5～

40の数である。エチレンオキシ基(C_2H_4O)とプロピレンオキシ基(C_3H_6O)はランダムあるいはブロック付加体であってもよい。]

【0061】

(d)成分である非イオン界面活性剤の配合量は安定性の点から組成物中0.5~10質量%、特に1~8質量%が好ましい。

【0062】

本発明の液体柔軟剤組成物は、金属封鎖剤(以下(e)成分という)を更に含有することが、貯蔵安定性の向上の点から好ましい。具体的には、(e)成分としては、下記の化合物を挙げることができる。

(1)エタン-1,1-ジホスホン酸、エタン-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸、エタンヒドロキシ-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1,2-ジカルボキシ-1,2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸などのホスホン酸又はこれらの塩(好ましくは、アルカリ金属塩もしくはアルカノールアミン塩)。

10

(2)ニトリロ三酢酸、イミノ二酢酸、エチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、グリコールエーテルジアミン四酢酸、ヒドロキシアリールイミノ二酢酸、トリエチレントトラアミン六酢酸、ジエンコル酸、アルキルグリシン-N,N-ジ酢酸、アスパラギン酸-N,N-ジ酢酸、セリン-N,N-ジ酢酸、グルタミン酸二酢酸、エチレンジアミンコハク酸などのアミノポリ酢酸又はこれらの塩(好ましくは、アルカリ金属塩もしくはアルカノールアミン塩)。

20

【0063】

これらの中で、特に好ましい(e)成分は、貯蔵安定性の向上の点から、エタン-1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸及び/又はエチレンジアミン4酢酸である。

【0064】

本発明の液体柔軟剤組成物は、無機塩や水溶性の有機塩(以下(f)成分という)を更に含有することができる。無機塩としては、硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、塩化マグネシウムなど、有機塩としては、安息香酸ナトリウム、パラトルエン sulfonic acid ナトリウムなどが透明性を維持する観点から好ましい。但し、本発明の液体柔軟剤組成物は、上記無機塩に加えて、脂肪酸塩類などの界面活性剤に含まれるナトリウム塩、カリウム塩等を更に含むが、このような界面活性剤の使用によって組成物に混入する無機塩は上記制限を受けるものではない。

30

【0065】

本発明の液体柔軟剤組成物は、上記(c)成分以外の有機溶剤(以下(g)成分という)を更に含有してもよい。具体的には、(g)成分は、エタノール、イソプロパノール、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコールなどから選ばれる有機溶剤であり、特にエタノールが匂いの点から好ましい。

【0066】

本発明の液体柔軟剤組成物は、貯蔵安定性を改善する目的で炭素数8~22の飽和又は不飽和脂肪酸と多価アルコールとのエステル化合物を更に配合しても差し支えないが、透明な外観を得るために種類や含有量などに留意する必要がある。配合できる化合物としては、トリグリセライド、ジグリセライド、モノグリセライド、ペンタエリスリトールのモノ-、ジ-、又はトリ-エステル、ソルピタンエステルなどを挙げることができる。

40

【0067】

本発明では、その他の成分として、嗜好性の点から通常繊維処理剤に配合されるシリコン、香料や染料を適宜含有することができる。

【0068】

本発明の柔軟剤組成物の製造方法としては、水に(c)成分、必要に応じて(d)成分を溶解させ、40~70、好ましくは45~65に加熱昇温し、その後(a)成分、(b)成分、必要に応じて(e)成分及び(f)成分、(g)成分を添加して攪拌混合し、酸剤で所定のpHに調整し、冷却した後にそのほかの成分を添加する方法が貯蔵安定性

50

の点から好ましい。

【実施例】

【0069】

合成例1：(a-II)の合成

ステアリン酸とN,N-ジメチル-1,3-プロパンジアミンとの脱水アミド化反応により合成した。すなわち、N,N-ジメチル-1,3-プロパンジアミン161gとステアリン酸284.5gを攪拌機、温度計、脱水管のついた4つ口フラスコに入れ、180℃まで昇温した。次に、その温度で約5時間生成する水を留去しながら加熱攪拌した。その後、120℃に冷却し、減圧下、未反応のアミンを留去し、目的とするN-アルカノイルアミノプロピル-N,N-ジメチルアミンを得た。

10

【0070】

合成例2：(a-V)の合成

ヨウ素価90g I₂/100g、酸価201mg KOH/gのナタネ油由来の原料脂肪酸とトリエタノールアミンとを反応モル比1.85/1(脂肪酸/トリエタノールアミン)で定法に従って脱水縮合反応を行い、縮合物を得た。次に、溶媒不在下で、この縮合物に全アミン価を基準としてジメチル硫酸を0.95当量用い、定法にて4級化を行った後、エタノールで90%に希釈することにより、目的の第4級アンモニウム塩混合物〔以下、(a1)混合物ともいう〕を得た。

【0071】

上記で用いた原料脂肪酸並びに脱水縮合物の酸価及びヨウ素価、並びに、上記で得られた第4級アンモニウム塩混合物の物性及び組成をまとめて表1に示す。ここで、表1中のアミン〔化合物(a1-3)〕、アミンモノメチル硫酸塩〔化合物(a1-2)〕、脂肪酸及び第4級アンモニウム塩〔化合物(a1-1)〕の含有量(何れも、質量%、単に%で示した)は、次に示す方法で求めた。

20

【0072】

<アミンの含有量(%)>

自動電位差滴定装置を用いて酢酸に溶かしたサンプルを0.1mol/L過塩素酸酢酸標準溶液で滴定することにより全アミン価を求め、下記式を用いてアミン含有量を算出した。

【0073】

【数1】

30

$$\text{アミンの含有量 (\%)} = \frac{\text{第4級アンモニウム塩混合物の全アミン価}}{\text{脱水縮合物の全アミン価}} \times 100$$

【0074】

<アミンモノメチル硫酸塩及び脂肪酸の含有量(%)>

自動電位差滴定装置を用いてエタノール溶媒に溶かしたサンプルを0.1N-KOHで滴定し、それぞれの酸価を求めた。それぞれの酸価から下記式を用いてアミンモノメチル硫酸塩及び脂肪酸の含有量を算出した。

40

【0075】

【数 2】

アミノメチル硫酸塩の含有量 (%) =

$$\frac{\text{第4級アンモニウム塩混合物中のアミノメチル硫酸塩の酸価}}{\text{アミノメチル硫酸塩の理論酸価}^*1} \times 100$$

*1: 56110 / (脱水縮合物の分子量*2 + メチル硫酸の分子量)

*2: 56110 / (脱水縮合物の全アミン価)

10

【0076】

【数 3】

$$\text{脂肪酸の含有量 (\%)} = \frac{\text{第4級アンモニウム塩混合物中の脂肪酸の酸価}}{\text{原料脂肪酸の酸価}} \times 100$$

【0077】

アミン、及びアミンモノメチル硫酸塩は、そのほぼ全てが (a - 3) 成分: 一般式 (4) において、 R^{14} が $R^{10} - [D - R^{11}]_C -$ で表される化合物に相当する。

20

【0078】

< 第4級アンモニウム塩の含有量 (%) >

第4級アンモニウム塩の含有量 (%) は、上記の方法で算出したアミン、アミンモノメチル硫酸塩、及び脂肪酸の含有量と下記の固形分の含有量との差分を用いて算出した。

【0079】

また、第4級アンモニウム塩中の組成は、(a 1) 混合物を重クロロホルム / 重アセトン = 6 / 4 に溶解し、NMR を用いて N - メチル基を表すシグナルの積分値より算出した。即ち、第4級アンモニウム塩は、トリエタノールアミンの4級化物 [(a - 1 - 0)]、(a - 2) 成分: 一般式 (3) において R^7 、 R^8 、 R^9 がそれぞれメチル基である化合物 [(a - 1 - 1)]、(a - 4) 成分: 一般式 (5) において R^{19} 、 R^{20} がそれぞれメチル基である化合物 [(a - 1 - 2)]、及び (a - 4) 成分: 一般式 (5) において R^{19} が $R^{10} - [D - R^{11}]_C -$ 、 R^{20} がメチル基である化合物 [(a - 1 - 3)] の混合物である。なお、表 1 中、(a - 1 - 0) ~ (a - 1 - 3) の % は、第4級アンモニウム塩 (a 1 - 1) の 83.6 % の内訳を示すものである。

30

【0080】

< エタノール含有量 >

エタノール含有量は、JIS K0067 に準拠して、揮発分測定装置を用いて測定した。

【0081】

< 固形分の含有量 >

40

固形分の含有量は、第4級アンモニウム塩混合物とエタノールの含有量の差分として算出した。

【0082】

【表 1】

	測定項目	単位	合成例2 [(a-V)]
原料脂肪酸	酸価	mgKOH/g	201
	ヨウ素価	gI ₂ /100g	90
脱水縮合物	酸価	mgKOH/g	1.2
	全アミン価	mgKOH/g	86.9
(a1)混合物	酸価(脂肪酸)	mgKOH/g	0.2
	酸価(アミンモノメチル硫酸塩)	mgKOH/g	5
	全アミン価	mgKOH/g	3.2
	エタノール	%	10.1
	脂肪酸	%	0.1
	アミンモノメチル硫酸塩(a1-2)	%	2.5
	アミン(a1-3)	%	3.7
	第4級アンモニウム塩(a1-1)	%	83.6
	(a1-1-0)	%	2.9
	(a1-1-1)	%	18.8
	(a1-1-2)	%	46.9
	(a1-1-3)	%	15.0
	(a1-1)/[(a1-2)+(a1-3)]	質量比	93/7

【0083】

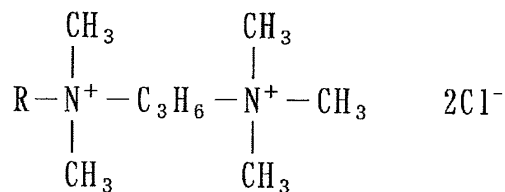
合成例3 (a-VI) の合成

温度計、滴下ロート、冷却器を備えた1Lの4ツ口フラスコにアルキルメチルアミン（アルキル基がC₁₆/C₁₈混合アルキル基のもの。142g、0.5mol）をエタノール（250g）に溶解し、還流下アクリロニトリル29.2gを約1時間で滴下し、3時間熟成させた。反応終了物をエバポレーターでエタノール及び未反応アクリロニトリルを除去した。次にオートクレープ（ステンレス製）にアミンに対して1質量%のラネーニッケルと、反応終了物を150g、水/イソプロピルアルコール（IPA）（50/50vol）を150g入れ、N₂置換後、H₂で置換し温度110℃、H₂圧0.98MPaで6時間反応した。冷却後、エバポレーターで水/IPAを除去し、蒸留することでN-アルキルプロピレンジアミンを得た。次にこの化合物を50g（0.1531mol）及びエタノール/水（90/10vol）500g、無水ソーダ灰56.8gをオートクレープに仕込み、80℃でメチルクロライド42.5gを圧入した。圧入後、80℃で6時間熟成し冷却後無機塩をろ別し、溶媒を減圧留去した。得られた化合物をアセトンで数回洗浄した後、アセトンをエバポレーターで留去し、下記化合物（純分96質量%）を得た。

【0084】

【化 9】

(a-VI)



10

〔R: C₁₆/C₁₈混合アルキル基〕

【0085】

合成例4: (b-1)の合成

炭素数12のアルコール(花王(株)、製品名:カルコール2098)3447g、炭素数14のアルコール(花王(株)、製品名:カルコール4098)1341g、及びKOH6.8gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキシドを575g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った後、145に昇温し、エチレンオキシドを1625g仕込んだ。145にて付加反応・熟成を行った後、80まで冷却し、7.3gの酢酸をオートクレーブ内に加え、80で30分間攪拌した後、抜き出しを行い、平均プロピレンオキシド付加モル数が0.4モル、平均エチレンオキシド付加モル数が1.5モルであるアルコキシレートを得た。

20

【0086】

得られたアルコキシレートを、SO₃ガスを用いて下降薄膜式反応機(以下FFR)にて硫酸化した。得られた硫酸化物をNaOH水溶液にて中和し、アルキルエーテル硫酸エステル塩組成物を得た。得られたアルキルエーテル硫酸エステル塩組成物に、NaCl、イオン交換水を添加し、界面活性剤濃度が20質量%の評価サンプルを調整した。

30

【0087】

合成例5: (b-1')の合成

合成例4と同様の方法で平均PO付加モル数が2.0モル、平均EO付加モル数が8.0モルであるアルキルエーテル硫酸エステル塩組成物を得た。

【0088】

実施例1

<液体柔軟剤組成物の調製方法>

300mLビーカーに、柔軟剤組成物の出来あがり質量が200gになるのに必要な量の95%相当量のイオン交換水を入れ、ウォーターバスで60に昇温した。一つの羽根の長さが2cmの攪拌羽根が3枚ついたタービン型の攪拌羽根で攪拌しながら(300rpm)、所要量の(c)成分、(d)成分を溶解させた。順次、(a)成分、(b)成分、(e)成分、(f)成分及び(g)成分を添加し、5分攪拌後、62%パラトルエンサルホン酸水溶液と48%水酸化ナトリウム水溶液で目標のpHに調整し、出来あがり質量にするのに必要な量の60のイオン交換水を添加した。その後10分間攪拌し、5の水を入れたウォーターバスにビーカーを移し、攪拌しながら20に冷却した。なお、表2に示すpHは冷却後(20)のpHである。

40

【0089】

得られた柔軟剤組成物について、下記方法で柔軟性及び風合いを評価した。結果を表2に示す。

【0090】

50

< 配合成分 >

(a - I) : 混合アルキル (パルミトイルステアリル) トリメチルアンモニウムクロライド (コータミン 8 6 W 花王 (株) 製) (MW : 334) [(a - 2) 成分に相当]

(a - II) : 合成例 1 で得た N - ステアリルアミノプロピル - N , N - ジメチルアミン (MW : 368) [(a - 1) 成分に相当]

(a - III) : ビス (2 - ヒドロキシエチル) ステアリルメチルアンモニウムクロライド (ニッサンカチオン S - 2 0 2 - 3 0 日本油脂 (株) 製) (MW : 407) [(a - 2) 成分に相当]

(a - IV) : ビス (2 - ヒドロキシエチル) アルキル (C 8 ~ 1 8) メチルアンモニウムクロライド (エソカード C / 1 2 ライオン・アクゾ (株) 製) (MW : 324) [(a - 2) 成分に相当]

10

(a - V) : 合成例 2 で得た第 4 級アンモニウム塩混合物 [(a - 3) 成分と (a - 4) 成分の混合物に相当]

(a - VI) : 合成例 3 で得た第 4 級アンモニウム塩混合物 (MW : 470) [(a - 2) 成分に相当]

【 0 0 9 1 】

(b - 1) : 合成例 4 で得たアルキルエーテル硫酸エステル塩 (平均 P O 付加モル数 0 . 4 モル、平均 E O 付加モル数 1 . 5 モル) (MW : 384)

(b - 1 ') : 合成例 5 で得たアルキルエーテル硫酸エステル塩 (平均 P O 付加モル数 2 . 0 モル、平均 E O 付加モル数 8 . 0 モル) (MW : 655)

20

(b - 2 ') : ドデシル硫酸ナトリウム (エマール 0 花王 (株) 製) (MW : 288)

【 0 0 9 2 】

(c - 1) : フェノキシエタノール (C l o g P : 1.19)

(c - 2) : ポリオキシエチレン (平均付加モル数 3) モノフェニルエーテル (C l o g P : 1.32)

【 0 0 9 3 】

(d - 1) : 炭素数 1 2 の飽和アルコールに E O を平均 2 0 モル付加させたもの

(d - 2) : ステアリルアミンに E O を平均 3 0 モル付加させたもの

(e - 1) : エチレンジアミン四酢酸

(f - 1) : 安息香酸ナトリウム

30

(f - 2) : 塩化マグネシウム

(g - 1) : エタノール

【 0 0 9 4 】

表 2 中、比較品の一部は、(b ' - 1)、(b ' - 2) を (b) 成分として、(a) / (b) モル比を算出した。

【 0 0 9 5 】

下記方法により、液体柔軟剤組成物を調製し、下記方法で保存安定性及び柔軟性を評価した。結果を表 2 に示す。

【 0 0 9 6 】

< 保存安定性の評価法 >

40

製造直後の液体柔軟剤組成物の状態 (初期の外観や液の性状等) を目視で観察した。また、5 にてガラス製の容量 5 0 m l の規格瓶に充填、密封し、3 日保存後の状態を観察し、4 段階で評価した。保存後の状態が、製造直後と比較して全く変化していないものを最高 () とし、製造直後と比較して著しく変化しているものを最低 (×) とした。「」の次の状態であるものを「○」(変化がごくわずかなもの)、その次の状態であるものを「」(変化が認められるもの) とした。

【 0 0 9 7 】

< 柔軟性の評価法 >

(柔軟処理方法)

バスタオル (木綿 1 0 0 %) 5 枚を市販の弱アルカリ性洗剤 (花王 (株) アタック) を

50

用いて洗濯機で洗浄した（東芝製2槽式洗濯機VH-360S1、洗剤濃度0.0667質量%、水道水30L使用、水温20℃、10分間）。その後、洗浄液を排出し、3分間脱水後、30Lの水道水を注水して5分間すすぎを行い、排水後3分間脱水を行った。その後、再度30Lの水道水を注水後、表2の液体柔軟剤組成物を10ml添加し、5分間攪拌した。その後、脱水し、室内で自然乾燥させた。この操作を5回繰り返した衣料の柔軟性及び風合いを下記の方法で評価した。

【0098】

（衣料の柔軟性評価）

上記処理した衣料の柔軟性を10人のパネラー（30代男性10人）により下記の基準で判定し、10人の平均点を算出した。尚、評価点1.5以上は柔軟性効果が良好であり、評価点0.4点以上の差は優位差である。

10

- 1 ... 比較例1の組成物で処理した衣料と比較して柔らかく仕上がらない。
- 0 ... 比較例1の組成物で処理した衣料と比較して同等。
- 1 ... 比較例1の組成物で処理した衣料と比較してやや柔らかく仕上がった。
- 2 ... 比較例1の組成物で処理した衣料と比較して柔らかく仕上がった。
- 3 ... 比較例1の組成物で処理した衣料と比較して非常に柔らかく仕上がった。

（衣料の風合いの評価）

柔軟性評価同様に、下記の基準で判定して評価を行った。尚、評価点1.5以上は風合い改善効果が良好であり、評価点0.4点以上の差は優位差である。

- 1 ... 比較例2の組成物で処理した衣料と比較して油っぽい風合いである。
- 0 ... 比較例2の組成物で処理した衣料と比較して同等。
- 1 ... 比較例2の組成物で処理した衣料と比較して油っぽくなく、ややさっぱりした風合いである。
- 2 ... 比較例2の組成物で処理した衣料と比較して油っぽくなく、さっぱりした風合いである。
- 3 ... 比較例2の組成物で処理した衣料と比較して油っぽくなく、非常にさっぱりした風合いである

20

【0099】

【表 2】

		本 発 明 品									比 較 品								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7		
液体柔軟剤組成物	(a-I)	9.9									15.0		11.0			3.9			
	(a-II)		10.2					8.2									8.6		
	(a-III)			10.5															
	(a-IV)				9.8	13.2	8.2						8.0	10.9					
	(a-V)						10.3	18.3			15.0						10.8		
	(a-VI)								8.1										
	(b-1)	5.1	4.8	4.5	5.2	1.8	6.8	3.5	1.7	6.9						11.1			
	(b-1')													7.0					
	(b-2')												5.0		4.1		2.7		
	(c-1)		10.2					12.0	7.0			7.0					12.0		
	(c-2)							8.0	5.0			5.0					8.0		
	(d-1)	4.0	4.0	4.0	4.0			6.0	6.0	4.0	4.0	6.0	4.0			4.0	6.0		
	(d-2)					3.0	3.0							3.0	3.0				
	(e-1)	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015		
	(f-1)		0.40					0.40	0.25			0.25					0.4		
	(f-2)	1.0										1.0	1.0			1.0			
	(g-1)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0		
	イオン交換水		残部									残部							
合計		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100		
pH(20℃)		5.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0	5.0	5.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0		
(a)/(b)モル比		70/30									100/0								
外観	初期	白濁	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	白濁	透明	透明	白濁	透明		
	5℃保存後	○	◎	○	◎	◎	○	◎	◎	◎	○	○	×	○	×	×	×		
	柔軟性	2.5	2.5	2.5	2.0	1.5	2.5	3.0	3.0	2.5	0.0	3.0	2.5	1.0	2.0	2.0	3.0		
風合い		2.0	2.0	2.0	2.5	2.5	2.5	1.5	1.5	2.0	3.0	0.0	2.5	2.5	2.0	3.0	1.5		

10

20

30

40

フロントページの続き

- (72)発明者 野村 真人
和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 光田 義徳
和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内

審査官 家城 雅美

- (56)参考文献 特開2007-119935(JP,A)
特開2005-002218(JP,A)
特開2003-020497(JP,A)
特開2004-060080(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
D06M13/00-15/715
C08K3/00-13/08
C08L1/00-101/14