



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0048128
(43) 공개일자 2016년05월03일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 217/08 (2006.01) *A61K 8/45* (2006.01)
A61Q 19/10 (2006.01) *A61Q 5/02* (2006.01)
C07C 213/10 (2006.01) *C08G 18/32* (2006.01)
C08G 59/50 (2006.01) *C08G 65/333* (2006.01)
C11D 1/44 (2006.01) *C11D 3/30* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C07C 217/08 (2013.01)
A61K 8/45 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7007647
- (22) 출원일자(국제) 2014년07월15일
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2016년03월23일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2014/065114
- (87) 국제공개번호 WO 2015/028193
 국제공개일자 2015년03월05일
- (30) 우선권주장
 13181700.9 2013년08월26일
 유럽특허청(EP)(EP)

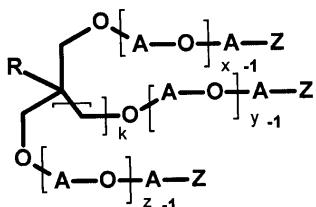
- (71) 출원인
 바스프 에스이
 독일 데-67056 루드빅샤펜
- (72) 발명자
 에베르트 조파아
 독일 68165 만하임 리하르트-바그너-슈트라쎄 53
 루돌프 비외른
 독일 67063 루드비히샤펜 마리엔슈트라쎄 14-16
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
 특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 알콕실화 글리세린 또는 트리메틸올프로판 기재의 에테르아민

(57) 요 약

본 발명은 글리세린 또는 트리메틸올프로판 기재의 화학식 (I)의 에테르아민 및 이의 제조 방법에 관한 것이다:



화학식 (I)

[식 중,

R = H 또는 에틸이고, k = 0 또는 1이고,

A 는 C₂-C₁₈ 의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬렌기를 나타내고,

A 는 서로 동일 또는 상이할 수 있고,

적어도 하나의 A 는 선형 또는 분지형 C₄-알킬렌기를 나타내고,

x, y 및 z 의 합은 3 내지 100 범위에 있고,

x ≥ 1, y ≥ 1 및 z ≥ 1이고,

Z = NH₂ 또는 OH 이지만, 문자 당 적어도 2 개의 Z 는 NH₂ 임].

(52) CPC특허분류

A61Q 19/10 (2013.01)

A61Q 5/02 (2013.01)

C07C 213/10 (2013.01)

C08G 18/3225 (2013.01)

C08G 59/50 (2013.01)

C08G 65/333 (2013.01)

C11D 1/44 (2013.01)

C11D 3/30 (2013.01)

(72) 발명자

비그베르스 크리슈토프 빌헬름

독일 68167 만하임 랑게 퇴터슈트라쎄 102

마스 슈테펜

독일 55270 부벤하임 닥터-프리츠-보킨스-슈트라쎄 19

뵈크 디터

독일 67117 립부르거호프 체펠린벡 3

쥘스뵈터 프랑크

독일 67098 바트 뒤르크하임 임 논넨가르텐 41

러프네인 브라이언 제이

미국 45241 오하이오주 샤론빌 벤커트 드라이브 4121

아이히슈타트 바운 에이미

미국 45069 오하이오주 웨스트 채스터 베가스 서클 8065

크리스마스 캐빈

미국 45040 오하이오주 메이슨 메도우뷰 드라이브 5837

리즈 테런

영국 뉴캐슬 웨스트 얼랏먼트 클로버필드 167

스치알라 스텔파노

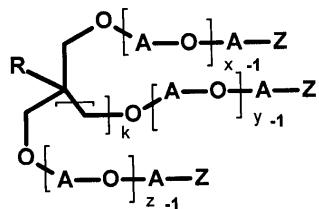
이탈리아 아이-00128 로마 비아 라스트렐리 81

명세서

청구범위

청구항 1

화학식 (I) 의 에테르아민:



화학식 (I)

[식 중,

$R = H$ 또는 에틸이고, $k = 0$ 또는 1 이고,

A 는 C_2-C_{18} 의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬렌기를 나타내고,

A 는 서로 동일 또는 상이할 수 있고,

적어도 하나의 A 는 선형 또는 분지형 C_4 -알킬렌기를 나타내고,

x, y 및 z 의 합은 3 내지 100 범위에 있고,

$x \geq 1, y \geq 1$ 및 $z \geq 1$ 이고,

$Z = NH_2$ 또는 OH 이지만, 문자 당 적어도 2 개의 Z 는 NH_2 임].

청구항 2

제 1 항에 있어서, 적어도 3 개의 A 가 선형 또는 분지형 C_4 -알킬렌기를 나타내는 에테르아민.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서, 모든 A 기가 선형 또는 분지형 C_4 -알킬렌기를 나타내는 에테르아민.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, x, y 및 z 의 합이 3 내지 30 범위에 있는 에테르아민.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서, x, y 및 z 의 합이 3 내지 10 범위에 있는 에테르아민.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서, Z 가 NH_2 인 에테르아민.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서, 화학식 (I) 의 에테르아민이 산과 반응하는 에테르아민.

청구항 8

하기 단계를 포함하는, 화학식 (I) 의 에테르아민의 제조 방법:

a) 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판을 C_4 -알킬렌 옥시드 및 임의로 C_2-C_{18} 알킬렌 옥시드와 반응시키는 단

계로서, 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판 대 C₄-알킬렌 옥시드의 몰비가 1:3 내지 1:10 범위인 단계,

b) 알콕실화 글리세린 또는 알콕실화 1,1,1-트리메틸올프로판을 암모니아를 이용하여 아민화시키는 단계.

청구항 9

제 8 항에 있어서, 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판 대 C₄-알킬렌 옥시드의 몰비가 1:3 내지 1:6 범위인 방법.

청구항 10

제 8 항 또는 제 9 항에 있어서, C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드가 에틸렌 옥시드, 프로필렌 옥시드 또는 이들의 혼합물인 방법.

청구항 11

제 8 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 아민화가 구리-, 니켈- 또는 코발트-합유 촉매 존재 하에서 수행되는 방법.

청구항 12

제 8 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 있어서, 촉매의 촉매 활성 물질이, 수소를 이용한 이의 환원 전, 알루미늄, 구리, 니켈 및 코발트의 산소 화합물 및, SnO 으로 계산시 0.2 내지 5.0 중량% 범위의 주석의 산소 화합물을 포함하는 방법.

청구항 13

퍼스널 케어 (personal care) 에서의 제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 폴리에테르아민의 용도.

청구항 14

샴푸 및 바디 워시 제형에서의 제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 폴리에테르아민의 용도.

청구항 15

에폭시 수지용 경화제 또는 중합체 제조에서의 반응물로서의 제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 폴리에테르아민의 용도.

청구항 16

폴리우레탄, 폴리우레아에서의, 및 열가소성 폴리아미드 접착제로서의 제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 폴리에테르아민의 용도.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 글리세린 또는 트리메틸올프로판 기재의 에테르아민으로서, 에테르아민이 하나 이상의 선형 또는 분지형 C₄-알킬렌기를 함유하는 에테르아민에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 합성 섬유로 제조된 손질이 쉬운 섬유의 인기 증가 뿐 아니라, 에너지 비용의 계속적 증가 및 세계 사용자의 생태학적 관심 증가로 인해, 한때 인기있었던 온수 세탁은 냉수로의 섬유 세탁보다 뒷전으로 밀려났다. 다수의 시판용 세탁용 세제는 40°C 또는 30°C 또는 심지어 실온에서의 섬유 세탁에 적합한 것으로 광고되고 있다.

이와 같은 저온에서 만족스러운 세탁 결과, 즉 온수 세탁으로 수득된 결과에 필적하는 결과를 달성하기 위하여, 저온 세제에 대한 요구가 특히 높아지고 있다.

[0003] 60°C 이하의 온도에서 기름 얼룩의 제거를 개선시키기 위하여, 통상의 계면활성제 세정력을 증대시키기 위해 세

제 조성물 중에 특정한 첨가제를 포함시키는 것이 공지되어 있다.

[0004] 또한, 기름 얼룩은 제거가 곤란한 얼룩이기 때문에, 섬유 및 기타 오염된 소재에서 기름 얼룩을 제거하는 세정 조성물에 대한 요구가 지속되고 있다. 기름 제거를 위한 통상의 세정 조성물에는 흔히 각종 아민 화합물이 이용되는데, 이러한 아민 화합물은 백색도 (whiteness)에 대하여 강한 부정적인 영향을 나타내는 경향이 있다.

그 결과, 섬유 및 기타 오염된 소재로부터의 개선된 기름 제거 및 동시에 점토 세정에 부정적인 영향을 미치지 않는 개선된 아민 조성물에 대한 지속적인 요구가 여전히 존재한다. 이러한 아민 조성물은 또한 가정용 적용에 사용될 수 있도록 적합한 독성학적 프로파일을 가져야 한다.

[0005] DE 1 643 426 A1에는 폴리옥시알킬렌 폴리아민의 제조 방법으로서, 3 내지 8 개의 히드록실기를 갖는 폴리알코올을 C1-C18 알킬렌옥시드와 반응시킨 후 촉매 존재 하에서 아민화시키는 방법이 기재되어 있다.

[0006] EP 1 502 913 A1에는 폴리옥시알킬렌 트리올을 촉매 존재 하에서 암모니아 및 수소와 접촉시킴으로써 폴리옥시알킬렌 트리아민을 제조하는 방법이 기재되어 있다. 폴리옥시알킬렌 트리올은 2 내지 6 개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌기를 함유한다.

[0007] WO 01/76729 A2는 분자 당 적어도 2 개의 아민기를 갖는 다관능성 폴리에테르아민을 포함하는 조성물로서, 폴리에테르아민이 2 및 3 개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌기들을 함유하는 조성물에 관한 것이다.

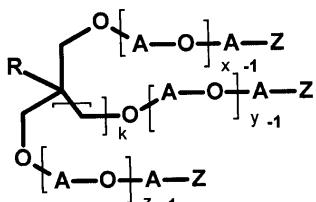
[0008] US 4,609,683에는 방향족 이소시아네이트와 폴리옥시알킬렌 트리아민 및 이사토산 무수물의 반응에 의해 제조되는 유사-프로폴리머 (quasi-propolymer) 가 기재되어 있다.

발명의 내용

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009] 본 발명의 목적은 저온, 즉 30°C 이하의 온도에서 세제의 세탁 성능을 개선시킬 수 있는 화합물을 제공하는 것이다.

[0010] 이러한 목적은 화학식 (I)의 에테르아민을 이용하여 달성되었다:



[0011] 화학식 (I)

[0012] [식 중,

[0013] R = H 또는 에틸이고, k = 0 또는 1이고,

[0014] A는 C₂-C₁₈의 탄소 원자를 갖는 선형 또는 분지형 알킬렌기를 나타내고,

[0015] A는 서로 동일 또는 상이할 수 있고,

[0016] 적어도 하나의 A는 선형 또는 분지형 C₄-알킬렌기를 나타내고,

[0017] x, y 및 z의 합은 3 내지 100 범위에 있고,

[0018] x ≥ 1, y ≥ 1 및 z ≥ 1이고,

[0019] Z = NH₂ 또는 OH 이지만, 분자 당 적어도 2 개의 Z는 NH₂이고, 바람직하게는 Z는 NH₂임].

[0020] 바람직한 구현예에서 적어도 3 개의 A는 선형 또는 분지형 C₄-알킬렌기를 나타내고, 또 다른 바람직한 구현예에서 모든 A기는 선형 또는 분지형 C₄-알킬렌기를 나타낸다.

[0021] 바람직하게는 x, y 및 z의 합은 3 내지 30 범위, 보다 더욱 바람직하게는 3 내지 10 범위 및 보다 더욱 바람직하게는 5 내지 10 범위에 있다.

- [0022] 화학식 (I) 의 에테르아민은 하기 단계를 포함하는 방법에 의해 수득된다:
- [0023] a) 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판을 C₄-알킬렌 옥시드 및 임의로 C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드와 반응시키는 단계로서, 글리세린 대 C₄-알킬렌 옥시드의 몰비가 1:3 내지 1:10 범위인 단계,
- [0024] b) 알콕실화 글리세린을 암모니아를 이용하여 아민화시키는 단계.
- [0025] 알콕실화
- [0026] 바람직한 구현예에서, 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판 대 C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드 및 특히 부틸렌 옥시드의 몰비는 1:3 내지 1:6 범위이다.
- [0027] 알콕실화 트리올은 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판과 알킬렌 옥시드의 반응에 의해 수득되고, 이러한 반응은 당업계에 공지된 일반 알콕실화 절차에 따라 수행될 수 있다.
- [0028] 알콕실화 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판은 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판과 알킬렌 옥시드의 반응에 의한 공지된 방식으로 제조될 수 있다. 적합한 알킬렌 옥시드는 C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드, 예컨대 에틸렌 옥시드, 프로필렌 옥시드, 부틸렌 옥시드, 펜텐 옥시드, 헥센 옥시드, 데센 옥시드, 도데센 옥시드 등이다.
- [0029] 바람직하게는, C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드는 에틸렌 옥시드, 프로필렌 옥시드 또는 이들의 혼합물이다.
- [0030] 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판을 하나의 단일 알킬렌 옥시드 또는 둘 이상의 상이한 알킬렌 옥시드의 조합물과 반응시킨다. 둘 이상의 상이한 알킬렌 옥시드를 사용하는 경우, 수득되는 알콕실레이트는 블록-와이즈 (block-wise) 구조 또는 랜덤 구조로서 수득될 수 있다.
- [0031] 알콕실화 반응의 수행시, 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판 대 C₄-알킬렌 옥시드 및 임의로 C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드의 몰비는 1:3 내지 1:10 범위, 바람직하게는 1:3 내지 1:6 범위에 있다. 또 다른 구현예에서, 알콕실화 반응의 수행시, 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판 대 C₄-알킬렌 옥시드 및 임의로 C₂-C₁₈ 알킬렌 옥시드의 몰비는 1:5 내지 1:10 범위에 있다.
- [0032] 이러한 반응은 일반적으로 촉매 존재 하에서, 수용액 중에서, 약 70 내지 약 200°C 및 바람직하게는 약 80 내지 약 160°C의 반응 온도에서 시행된다. 이러한 반응은 약 10 bar 이하, 및 특히 약 8 bar 이하의 압력에서 수행될 수 있다.
- [0033] 적합한 촉매의 예는, 염기성 촉매, 예컨대 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 수산화물, 예컨대 수산화나트륨, 수산화칼륨 및 수산화칼슘, 알칼리 금속 알콕시드, 특히 나트륨 및 칼륨 C₁-C₄-알콕시드, 예컨대 나트륨 메톡시드, 나트륨 에톡시드 및 칼륨 tert-부톡시드, 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 수소화물, 예컨대 수소화나트륨 및 수소화칼슘, 및 알칼리 금속 탄산염, 예컨대 탄산나트륨 및 탄산칼륨이다. 알칼리 금속 수산화물이 바람직하고, 수산화칼륨 및 수산화나트륨이 특히 바람직하다. 염기의 통상의 사용량은 폴리알킬레이민 및 알킬렌 옥시드의 총량을 기준으로, 0.05 내지 10 중량%, 특히 0.1 내지 2 중량% 이다.
- [0034] 아민화
- [0035] 아민화는 구리-, 니켈- 또는 코발트-함유 촉매 존재 하에서 수행된다.
- [0036] 촉매의 촉매 활성 물질은, 수소를 이용한 이의 환원 전, 알루미늄, 구리, 니켈 및 코발트의 산소 화합물, 및 SnO₂ 으로 계산시 0.2 내지 5.0 중량% 범위의 주석의 산소 화합물을 포함한다.
- [0037] 화학식 (I) 에 따른 에테르아민은 니켈 함유 촉매 및 수소 존재 하에서의 알콕실화 글리세린 또는 1,1,1-트리메틸올프로판과 암모니아의 환원적 아민화에 의해 수득된다. 적합한 촉매는 WO 2011/067199 A1 및 WO2011/067200 A1, 및 EP0696572 B1 에 기재되어 있다. 바람직한 촉매는 지지된 구리-, 니켈- 및 코발트-함유 촉매이고, 여기서 촉매의 촉매 활성 물질은, 수소를 이용한 이의 환원 전, 알루미늄, 구리, 니켈 및 코발트의 산소 화합물, 및 SnO₂ 으로 계산시 0.2 내지 5.0 중량% 범위의 주석의 산소 화합물을 포함한다. 다른 바람직한 촉매는 지지된 구리-, 니켈- 및 코발트-함유 촉매이고, 여기서 촉매의 촉매 활성 물질은, 수소를 이용한 이의 환원 전, 알루미늄, 구리, 니켈, 코발트 및 주석의 산소 화합물, 및 각각 Y₂O₃, La₂O₃, Ce₂O₃ 및 Hf₂O₃ 으로 계산시, 각각 0.2 내지 5.0 중량% 범위의 이트륨, 란타늄, 세륨 및/또는 하프늄의 산소 화합물을 포함한다. 또 다른 바람직한 촉매는 지르코늄, 구리, 니켈 촉매이고, 여기서 촉매 활성 조성물은 ZrO₂ 으로 계산시 20

내지 85 중량%의 산소-함유 지르코늄 화합물, CuO로 계산시 1 내지 30 중량%의 산소-함유 구리 화합물, NiO로 계산시 30 내지 70 중량%의 산소-함유 니켈 화합물, 각각 Al₂O₃ 및 MnO₂로 계산시 0.1 내지 5 중량%의 산소-함유 알루미늄 및/또는 망간 화합물을 포함한다.

[0038] 환원적 아민화 단계에 있어서, 지지된 촉매 뿐 아니라 미지지된 (non-supported) 촉매도 사용될 수 있다. 지지된 촉매는, 예를 들어 당업계에 널리 공지된 기법을 사용하여, 당업자에게 공지된 지지체, 비제한적으로, 공지된 형태의 알루미나, 실리카, 목탄, 탄소, 흑연, 점토, 모데나이트; 및 분자체 상에 촉매 조성물의 금속성 성분을 중착시켜 지지된 촉매를 제공함으로써 수득된다. 촉매가 지지되는 경우, 촉매의 지지체 입자는 임의의 기하학적 모양, 예를 들어, 규칙적 또는 불규칙적 형태의, 구 (sphere), 정체 또는 실린더 모양을 가질 수 있다.

[0039] 상기 공정은 연속식 또는 비연속식 방식으로, 예를 들어 오토클레이브, 휴브 반응기 또는 고정층 반응기에서 수행될 수 있다. 반응기 설계는 또한 크게 중요하지 않다. 반응기에의 공급은 상향식 또는 하향식일 수 있고, 반응기 내 플리그 흐름을 최적화하는 반응기의 설계 특성이 이용될 수 있다.

[0040] 2차 또는 3차 아미노 관능기를 함유하는 부산물은 아민화 반응 조건 하에서 형성될 수 있다. 2차 아민은, 예를 들어, 전체적 또는 부분적 아민화 디올과 또 다른 전체적 및/또는 부분적 아민화 디올의 반응을 통해 수득된다. 3차 아민은, 예를 들어, 2차 아민과 또 다른 전체적 또는 부분적 아민화 디올의 반응을 통해 형성된다.

[0041] 아민화도 (degree of amination)는 67 내지 100% 및 가장 바람직하게는 85 내지 100%이다.

[0042] 아민화도는, 총 아세틸화가능물가 (acetylables value) (AC) 및 3차 아민가 (tert. AZ)의 합으로 나눈 총 아민가 (amine value) (AZ)에, 100을 곱하여, 100 (총 AZ x 100/ (AC + tert. AZ))으로부터 산출된다.

[0043] 총 아민가 (AZ)는 DIN 16945에 따라 측정된다.

[0044] 총 아세틸화가능물가 (AC)는 DIN 53240에 따라 측정된다.

[0045] 2차 및 3차 아민은 ASTM D2074-07에 따라 측정된다.

[0046] 히드록실가는, (총 아세틸화가능물가 + 3차 아민가) - 총 아민가,로부터 산출된다.

[0047] 또 다른 바람직한 구현예에서, 본 발명의 에테르아민을 또한 산과 추가로 반응시킬 수 있다. 산은 시트르산, 락트산, 황산, 메탄술폰산, 염화수소, 인산, 포름산, 아세트산, 프로피온산, 발레산, 옥살산, 숙신산, 아디프산, 세바스산, 글루타르산, 글루카르산, 타르타르산, 말산, 벤조산, 살리실산, 프탈산, 올레산, 스테아르산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 대안적인 구현예에서, 양성자화 형태의 본 발명의 에테르아민은, 반대 이온으로서, 예를 들어 선형 알킬 벤젠 술폰산으로부터 수득된 계면활성제를 가질 수 있다.

적용:

[0049] 본 발명의 에테르아민 혼합물은 퍼스널 케어, 특히 샴푸 및 바디 워시 제형 뿐 아니라 세정 조성물에 사용될 수 있다.

[0050] 이는 또한 에폭시 수지용 경화제 또는 중합체 제조에서의 반응물로서 뿐 아니라 폴리우레탄, 폴리우레아, 에폭시 수지, 폴리아미드에 사용될 수 있다.

[0051] 본 발명의 에테르아민은 오염된 소재로부터의 얼룩, 특히 기름의 제거에 효과적인 것으로 입증되었다. 본 발명의 에테르아민을 갖는 세정 조성물은 또한 친수성 표백가능한 얼룩, 예컨대 커피, 차, 와인, 또는 미립자물 질용 통상의 아민 세정 조성물에서 나타나는 세정 문제를 갖지 않는다. 또한, 백색 섬유로부터의 얼룩 제거에 있어서, 본 발명의 에테르아민을 갖는 세정 조성물은 시판용 아민 세정 조성물이 야기하는 백색화 문제를 야기하지 않는다.

[0052] 본 발명의 에테르아민을 포함하는 세정 조성물의 추가의 이점은 냉수 세정 용액 중에서의 기름 얼룩의 제거, 이어서 냉수 세탁이 가능하다는 점이다. 이론에 제한됨 없이, 냉수 용액은 기름의 경화 또는 고체화를 야기하고, 특히 섬유로부터 기름의 제거에 대한 저항성을 보다 크게 만드는 효과를 갖는다. 하지만, 화학식 (I)에 따른 에테르아민 혼합물을 갖는 세정 조성물은, 냉수 세정에서 사용시 놀라운 효과가 있다.

[0053] 본원에 사용된 바, 구절 "세정 조성물"에는, 오염된 소재의 세정을 위해 고안된 조성물 및 제형이 포함된다.

상기와 같은 조성물에는, 비제한적으로, 세탁물 세정 조성물 및 세제, 섬유 연화 조성물, 섬유 강화 조성물, 섬유 방향(탈취) 조성물, 세탁물 애벌세탁 (prewash), 세탁물 전처리, 세탁물 첨가제, 분무 제품, 드라이 클리닝 제제 또는 조성물, 세탁물 행굼 첨가제, 세탁 첨가제, 행굼후 섬유 처리, 다림질 보조제, 단일 용량 제형, 자연성 전달 제형, 액체 핸드 식기세척 조성물, 다공성 기질 또는 부직포 시트 내 또는 상에 함유된 세제, 자동 식기세척 제제, 경질 표면 세정제, 및 본원의 교시의 관점에서 당업자에게 명백할 수 있는 기타 적합한 형태가 포함된다. 상기와 같은 조성물은 사전-세탁 처리, 후-세탁 처리로서 사용되거나, 세탁 작동의 행굼 또는 세탁 사이클 중에 첨가되거나, 또는 흠케어 세정 적용에 사용될 수 있다. 세정 조성물은 액체, 분말, 단일상 또는 다중상 단위 용량, 파우치, 정제, 젤, 페이스트, 바 또는 플레이크로부터 선택되는 형태를 가질 수 있다.

[0054] 본원에 기재된 세정 조성물은 조성물의 중량에 대하여, 약 0.1% 내지 약 10%, 일부 예에서는, 약 0.2% 내지 약 5%, 및 다른 예에서는, 약 0.5% 내지 약 3%의 화학식 I의 에테르아민을 포함할 수 있다.

계면활성제 시스템

[0056] 세정 조성물은 목적하는 세정 특성을 제공하기에 충분한 양으로 계면활성제 시스템을 포함한다. 일부 구현 예에서, 세정 조성물은, 조성물의 중량에 대하여, 약 1% 내지 약 70%의 계면활성제 시스템을 포함한다. 다른 구현예에서, 액체 세정 조성물은, 조성물의 중량에 대하여, 약 2% 내지 약 60%의 계면활성제 시스템을 포함한다. 추가의 구현예에서, 세정 조성물은, 조성물의 중량에 대하여, 약 5% 내지 약 30%의 계면활성제 시스템을 포함한다. 계면활성제 시스템은 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 양쪽이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제, 양성 계면활성제 및 이들의 혼합물로부터 선택되는 세제용 계면활성제를 포함할 수 있다. 당업자는 세제용 계면활성제가 오염된 소재에 세정, 오염 제거, 또는 세탁 이점을 제공하는 임의의 계면활성제 또는 계면활성제 혼합물을 포함한다는 것을 이해할 것이다.

부가적 (adjunct) 세정 첨가제

[0058] 본 발명의 세정 조성물은 또한 부가적 세정 첨가제를 함유할 수 있다. 적합한 부가적 세정 첨가제에는, 빌더 (builder), 구조화제 또는 중점제, 점토 오염물 제거제/재침착 방지제, 중합체성 오염물 방출제, 중합체성 분산제, 중합체성 기름 세정제, 효소, 효소 안정화 시스템, 표백 화합물, 표백제, 표백 활성화제, 표백 촉매, 중백제, 염료, 색조부여제 (hueing agent), 염료 이동 억제제, 퀼레이트제, 거품 억제제, 연화제, 및 향료가 포함된다.

사용 방법

[0060] 본 발명에는 오염된 소재의 세정 방법이 포함된다. 당업자가 이해할 수 있는 바와 같이, 본 발명의 세정 조성물은 세탁물 전처리 적용, 세탁물 세정 적용, 및 흠케어 적용에 사용하기에 적합하다.

[0061] 상기와 같은 방법은, 비제한적으로, 세정 조성물을, 본래의 형태 또는 세정액에 희석된 형태로, 오염된 소재의 적어도 일부와 접촉시킨 후, 임의로 오염된 소재을 행구는 단계를 포함한다. 오염된 소재는 임의적 행굼 단계 전에 세탁 단계에 적용될 수 있다.

[0062] 세탁물 전처리 적용에 사용되는 경우, 상기 방법은 본원에 기재된 세정 조성물을 오염된 섬유와 접촉시키는 것을 포함할 수 있다. 전처리 후, 오염된 섬유는 세탁기에서 세탁 또는 행굼될 수 있다.

[0063] 기기 세탁 방법은, 본 발명에 따른 기기 세탁용 세정 조성물의 유효량이 그 안에 용해 또는 제공된 세탁기 내에서 수성 세정 용액으로 오염된 세탁물을 처리하는 것을 포함할 수 있다. 세정 조성물의 "유효량"은 약 5L 내지 약 65L 부피의 세정 용액 중에 용해 또는 분산된 약 20g 내지 약 300g의 제품을 의미한다. 수온은 약 5°C 내지 약 100°C 범위일 수 있다. 물 대 오염된 소재 (예를 들어, 섬유)의 비는 약 1:1 내지 약 20:1 일 수 있다. 섬유 세탁용 조성물의 맥락에서, 사용 수준은 또한 오염 및 얼룩의 유형 및 심각도 뿐 아니라, 세탁수 온도, 세탁수의 부피, 및 세탁기의 유형 (예를 들어, 위로 세탁물을 넣는 유형 (top-loading), 앞면에서 세탁물을 넣는 유형 (front-loading), 위로 세탁물을 넣는 수직축 일본-형 자동 세탁기)에 따라 가변적일 수 있다.

[0064] 본원에서 세정 조성물은 저하된 세정 온도에서의 섬유의 세탁에 사용될 수 있다. 이러한 섬유 세탁 방법은 세탁물 세정 조성물을 물에 넣어 세정액을 형성하고, 상기 세정액에 세탁할 섬유를 첨가하는 단계를 포함하며, 여기서 세정액은 0°C 초과 내지 약 30°C, 또는 약 25 °C, 또는 약 15°C의 온도를 갖는다. 섬유는 세탁물 세정 조성물을 물과 접촉시키기 전, 또는 후, 또는 이와 동시에, 물과 접촉될 수 있다.

- [0065] 또 다른 방법은, 한 구현예의 세정 조성물이 주입된 부직포 기질을 오염된 소재와 접촉시키는 것을 포함한다. 본원에 사용된 바, "부직포 기질"은 적합한 평량 (basis weight), 캘리퍼 (두께), 흡수성, 및 강도 특성을 갖는 임의의 통상의 형태의 부직포 시트 또는 망을 포함할 수 있다. 적합한 시판용 부직포 기질의 비제한적 인 예에는, DuPont 사의 상표명 SONTARA® 및 James River Corp. 사의 POLYWEB®으로 시판되는 것이 포함된다.
- [0066] 핸드 세탁 방법, 및 반자동 세탁기와 조합된 핸드 세탁 방법이 또한 포함된다.
- [0067] 기기 식기세척 방법
- [0068] 오염된 접시류, 식기류, 은식기류, 또는 기타 부엌용품의 기기-식기세척 또는 핸드 식기세척 방법이 포함된다. 기기 식기세척의 한 방법은 본 발명에 따른 기기 식기세척 조성물의 유효량이 그 안에 용해 또는 제공된 수성 액체로 오염된 접시류, 식기류, 은식기류, 또는 기타 부엌용품을 처리하는 것을 포함한다. 기기 식기세 척 조성물의 유효량에 있어서, 이는 약 3L 내지 약 10L 부피의 세정 용액 중에 용해 또는 분산된 약 8g 내지 약 60g 의 제품을 의미한다.
- [0069] 핸드 식기세척의 한 방법은, 세정 조성물을 용기에 함유된 물에 용해시키고, 이어서 오염된 접시류, 식기류, 은식기류, 또는 기타 부엌용품을 식기세척액과 접촉시킨 후, 오염된 접시류, 식기류, 은식기류, 또는 기타 부엌용 품을 손으로 문지르거나, 닦거나 또는 헹구는 것을 포함한다. 핸드 식기세척의 또 다른 방법은 오염된 접시 류, 식기류, 은식기류, 또는 기타 부엌용품 상에 세정 조성물을 직접 도포한 후, 오염된 접시류, 식기류, 은식 기류, 또는 기타 부엌용품을 손으로 문지르거나, 닦거나 또는 헹구는 것을 포함한다. 일부 예에서, 핸드 식기세척용 세정 조성물의 유효량은 약 0.5 mL 내지 약 20 mL (물에 희석됨) 이다.
- [0070] 조성물의 패키징
- [0071] 본원에 기재된 세정 조성물은 종이, 판지, 플라스틱 소재, 및 임의의 적합한 라미네이트로 제작된 용기를 포함하는 임의의 적합한 용기에 패키지될 수 있다. 임의적인 패키징 유형은 유럽 특허출원 No. 94921505.7에 기재되어 있다.
- [0072] 다구획 파우치 첨가제
- [0073] 본원에 기재된 세정 조성물은 또한 다구획 세정 조성물로서 패키지될 수 있다.
- [0074] 합성예
- [0075] 실시예에서, 하기 약어가 사용되었다:
- [0076] BuO 부틸렌 옥시드
- [0077] PO 프로필렌 옥시드
- [0078] **실시예 1:** 1 몰 글리세린 + 3 몰 BuO + 3 몰 PO, 아민화된 것
- [0079] a) 1 몰 글리세린 + 3 몰 BuO + 3 몰 PO
- [0080] 3.5 L 오토클레이브 내에서, 95.0 g 글리세린 및 1.0 g 칼륨 tert.-부틸레이트를 혼합하였다. 오토클레이브 를 질소로 3 회 페징하고, 140°C 까지 가열하였다. 223.0 g 부틸렌 옥시드를 90 분 내에 첨가하였다. 혼합물을 140°C에서 5 시간 동안 후-반응시켰다. 이어서, 179.7 g 프로필렌 옥시드를 분할하여 1 시간 내에 첨가하였다. 반응을 종결시키기 위하여, 혼합물을 140°C에서 추가 3 시간 동안 후-반응시켰다. 반응 혼합물을 질소를 이용하여 스트리핑하고, 휘발성 화합물을 진공 하 80°C에서 제거하였다. 4.9 g 합성 마그네슘 실리케이트 (Macrosorb MP5plus, Ineos Silicas Ltd.)를 첨가하고, 100°C에서 2 시간 동안 교반하고, 여과하여, 촉매를 제거하였다.
- [0081] 황색빛 오일을 수득하였다 (490.0 g, 히드록시가: 314.5 mgKOH/g).
- [0082] b) 1 몰 글리세린 + 3 몰 BuO + 3 몰 PO, 아민화된 것
- [0083] 9 L 오토클레이브 내에서, 350 mL의 실시예 1-a에서 수득한 트리올 혼합물, 1200 mL THF 및 1500 g 암모니아를, 200 mL의 EP0696572B1에 기재된 고체 촉매 존재 하에서 혼합하였다. 니켈, 코발트, 구리, 몰리브덴 및 지르코늄을 함유하는 촉매는 3x3 mm 정제 형태였다. 오토클레이브를 수소로 페징하고, 오토클레이브를 가열함으로써 반응을 개시하였다. 반응 혼합물을 205°C에서 15 시간 동안 교반하고, 전체 환원적 아민화

단계 동안 수소를 퍼징함으로써 총 압력을 280 bar 로 유지시켰다. 오토클레이브를 냉각시킨 후, 최종 생성물을 수집하고, 여과하고, 과량의 암모니아를 배출하고, 회전식 증발기에서 스트리핑하여 저급 아민 및 물을 제거하였다. 총 350-400 g 의 연한 색상의 에테르아민 혼합물을 회수하였다. 이의 분석 결과는 표 1에 제시되어 있다.

표 1. 실시예 1의 에테르아민 분석 결과

총 아민가	총 아세틸화가능물가	2 차 및 3 차 아민가	3 차 아민가	히드록실가	아민화도	1 차 아민
mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	%	총 아민 중 %
352.30	357.43	3.43	0.75	5.88	98.77	99.03

[0084] **실시예 2: 1 몰 글리세린 + 3 몰 PO + 3 몰 Bu0, 아민화된 것**

[0085] a) 1 몰 글리세린 + 3 몰 PO + 3 몰 Bu0

[0086] 3.5 L 오토클레이브 내에서, 88.1 g 글리세린 및 0.9 g 칼륨 tert.-부틸레이트를 혼합하였다. 오토클레이브를 질소로 3 회 퍼징하고, 140°C 까지 가열하였다. 166.6 g 프로필렌 옥시드를 1 시간 내에 첨가하였다. 혼합물을 140°C 에서 3 시간 동안 후-반응시켰다. 이어서, 206.8 g 부틸렌 옥시드를 분할하여 1 시간 내에 첨가하였다. 반응을 종결시키기 위하여, 혼합물을 140°C 에서 추가 3 시간 동안 후-반응시켰다. 반응 혼합물을 질소를 이용하여 스트리핑하고, 휘발성 화합물을 진공 하 80°C 에서 제거하였다. 4.4 g Macrosorb MP5plus 를 첨가하고, 100°C 에서 2 시간 동안 교반하고, 여과하여, 촉매를 제거하였다.

[0087] 황색빛 오일을 수득하였다 (410.0 g, 히드록시가: 336.5 mgKOH/g).

[0088] b) 1 몰 글리세린 + 3 몰 PO + 3 몰 Bu0, 아민화된 것

[0089] 9 L 오토클레이브 내에서, 350 mL 의 실시예 2-a 에서 수득된 트리올 혼합물, 1200 mL THF 및 1500 g 암모니아를, 200 mL 의 EP0696572B1 에 기재된 고체 촉매 존재 하에서 혼합하였다. 니켈, 코발트, 구리, 몰리브덴 및 지르코늄을 함유하는 촉매는 3x3 mm 정제 형태였다. 오토클레이브를 수소로 퍼징하고, 오토클레이브를 가열함으로써 반응을 개시하였다. 반응 혼합물을 205°C 에서 15 시간 동안 가열하고, 전체 환원적 아민화 단계 동안 수소를 퍼징함으로써 총 압력을 280 bar 로 유지시켰다. 오토클레이브를 냉각시킨 후, 최종 생성물을 수집하고, 여과하고, 과량의 암모니아를 배출하고, 회전식 증발기에서 스트리핑하여 저급 아민 및 물을 제거하였다. 총 300-350 g 의 연한 색상의 에테르아민 혼합물을 회수하였다. 이의 분석 결과는 표 2에 제시되어 있다.

표 2. 실시예 2의 에테르아민 분석 결과

총 아민가	총 아세틸화가능물가	2 차 및 3 차 아민가	3 차 아민가	히드록실가	아민화도	1 차 아민
mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	%	총 아민 중 %
373.88	377.50	1.33	0.66	4.28	99.21	99.64

[0090] **실시예 3: 1 몰 글리세린 + 6 몰 Bu0, 아민화된 것**

[0091] a) 1 몰 글리세린 + 6 몰 Bu0

[0092] 3.5 L 오토클레이브 내에서, 103.4 g 글리세린 및 1.2 g 칼륨 tert.-부틸레이트를 혼합하였다. 오토클레이브를 질소로 3 회 퍼징하고, 140°C 까지 가열하였다. 485.5 g 부틸렌 옥시드를 2 시간 내에 첨가하였다. 반응을 종결시키기 위하여, 혼합물을 140°C 에서 추가 7 시간 동안 후-반응시켰다. 반응 혼합물을 질소를 이용하여 스트리핑하고, 휘발성 화합물을 진공 하 80°C 에서 제거하였다. 5.9 g Macrosorb MP5plus 를 첨가하고, 100°C 에서 2 시간 동안 교반하고, 여과하여, 촉매를 제거하였다.

[0093] 황색빛 오일을 수득하였다 (589.0 g, 히드록시가: 285.0 mgKOH/g).

[0094] b) 1 몰 글리세린 + 6 몰 Bu0, 아민화된 것

[0095] 9 L 오토클레이브 내에서, 500 g 의 실시예 3-a 에서 수득된 트리올 혼합물, 1200 mL THF 및 1500 g 암모니아를, 200 mL 의 EP0696572B1 에 기재된 고체 촉매 존재 하에서 혼합하였다. 니켈, 코발트, 구리, 몰리브덴 및 지르코늄을 함유하는 촉매는 3x3 mm 정제 형태였다. 오토클레이브를 수소로 퍼징하고, 오토클레이브

이브를 가열함으로써 반응을 개시하였다. 반응 혼합물을 205°C에서 15시간 동안 교반하고, 전체 환원적 아민화 단계 동안 수소를 펴징함으로써 총 압력을 280 bar로 유지시켰다. 오토클레이브를 냉각시킨 후, 최종 생성물을 수집하고, 여과하고, 과량의 암모니아를 배출하고, 회전식 증발기에서 스트리핑하여 저급 아민 및 물을 제거하였다. 총 450 g의 연한 색상의 에테르아민 혼합물을 회수하였다. 이의 분석 결과는 표 3에 제시되어 있다.

표 3. 실시예 3의 에테르아민 분석 결과

총 아민가	총 아세틸화가능물가	2 차 및 3 차 아민가	3 차 아민가	히드록실가	아민화도	1 차 아민
mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	%	총 아민 중 %
313.30	327.30	1.54	0.22	14.22	95.66	99.51

[0098]

실시예 4: 1 몰 글리세린 + 4.2 몰 PO + 1.8 몰 Bu0, 아민화된 것

[0100]

a) 1 몰 글리세린 + 4.2 몰 PO + 1.8 몰 Bu0

[0101]

3.5 L 오토클레이브 내에서, 88.9 g 글리세린 및 0.9 g 칼륨 tert.-부틸레이트를 혼합하였다. 오토클레이브를 질소로 3회 펴징하고, 140°C까지 가열하였다. 235.4 g 프로필렌 옥시드를 1.5시간 내에 첨가하였다. 혼합물을 140°C에서 3시간 동안 후-반응시켰다. 이어서, 125.2 g 부틸렌 옥시드를 분할하여 1시간 내에 첨가하였다. 반응을 종결시키기 위하여, 혼합물을 140°C에서 추가 5시간 동안 후-반응시켰다. 반응 혼합물을 질소를 이용하여 스트리핑하고, 휘발성 화합물을 진공 하 80°C에서 제거하였다. 4.7 g Macrosorb MP5plus를 첨가하고, 100°C에서 2시간 동안 교반하고, 여과하여, 촉매를 제거하였다.

[0102]

황색빛 오일을 수득하였다 (470.0 g, 히드록시가: 312.1 mgKOH/g).

[0103]

b) 1 몰 글리세린 + 4.2 몰 PO + 1.8 몰 Bu0, 아민화된 것

[0104]

9 L 오토클레이브 내에서, 350 mL의 실시예 4-a에서 수득된 트리올 혼합물, 1200 mL THF 및 1500 g 암모니아를, 200 mL의 EP0696572B1에 기재된 고체 촉매 존재 하에서 혼합하였다. 니켈, 코발트, 구리, 몰리브덴 및 지르코늄을 함유하는 촉매는 3x3 mm 정제 형태였다. 오토클레이브를 수소로 펴징하고, 오토클레이브를 가열함으로써 반응을 개시하였다. 반응 혼합물을 205°C에서 15시간 동안 교반하고, 전체 환원적 아민화 단계 동안 수소를 펴징함으로써 총 압력을 280 bar로 유지시켰다. 오토클레이브를 냉각시킨 후, 최종 생성물을 수집하고, 여과하고, 과량의 암모니아를 배출하고, 회전식 증발기에서 스트리핑하여 저급 아민 및 물을 제거하였다. 총 350-400 g의 연한 색상의 에테르아민 혼합물을 회수하였다. 이의 분석 결과는 표 4에 제시되어 있다.

표 4. 실시예 4의 에테르아민 분석 결과

총 아민가	총 아세틸화가능물가	2 차 및 3 차 아민가	3 차 아민가	히드록실가	아민화도	1 차 아민
mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	%	총 아민 중 %
343.96	347.12	3.26	0.76	3.92	99.31	99.05

[0105]

실시예 5 (비교예): 1 몰 글리세린 + 6 몰 PO, 아민화된 것

[0106]

a) 1 몰 글리세린 + 6 몰 PO

[0107]

2 L 오토클레이브 내에서, 276.3 g 글리세린 및 2.6 g 칼륨 tert.-부틸레이트를 혼합하였다. 오토클레이브를 질소로 3회 펴징하고, 140°C까지 가열하였다. 1044.0 g 프로필렌 옥시드를 10시간 내에 첨가하였다. 혼합물을 140°C에서 9.5시간 동안 후-반응시켰다. 반응 혼합물을 질소를 이용하여 스트리핑하고, 휘발성 화합물 진공 하 80°C에서 제거하였다. 21.1 g Macrosorb MP5plus를 첨가하고, 100°C에서 2시간 동안 교반하고, 여과하여, 촉매를 제거하였다.

[0108]

연황색 오일을 수득하였다 (1300.0 g, 히드록시가: 320.2 mgKOH/g).

[0109]

b) 1 몰 글리세린 + 6 몰 PO, 아민화된 것

[0110]

9 L 오토클레이브 내에서, 750 mL의 실시예 5-a에서 수득한 폴리올 혼합물, 1000 mL THF 및 1500 g 암모니아를, 200 mL의 EP0696572B1에 기재된 고체 촉매 존재 하에서 혼합하였다. 니켈, 코발트, 구리, 몰리브덴

및 지르코늄을 함유하는 촉매는 3x3 mm 정제 형태였다. 오토클레이브를 수소로 펴징하고, 오토클레이브를 가열함으로써 반응을 개시하였다. 반응 혼합물을 205°C에서 15시간 동안 교반하고, 전체 환원적 아민화 단계 동안 수소를 펴징함으로써 총 압력을 250 bar로 유지시켰다. 오토클레이브를 냉각시킨 후, 최종 생성물을 수집하고, 여과하고, 과량의 암모니아를 배출하고, 회전식 증발기에서 스트리핑하여 저급 아민 및 물을 제거하였다. 720 g의 연한 색상의 에테르아민 혼합물을 회수하였다. 이의 분석 결과는 표 5에 제시되어 있다.

표 5.

총 아민가	총 아세틸화 가능물가	2 차 및 3 차 아민가	3 차 아민가	히드록실가	아민화도	1 차 아민
mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	mg KOH/g	%	총 아민 중 %
368.70	380.00	2.85	0.00	11.30	97.03	99.23

[0112] 세탁용 세제에서의 첨가제로서의 용도

소 지방, 돼지 지방, 소시지 지방, 베이컨 기름 및 앵커 (Anchor) 버터를 함유한 청색 편직면의 공업용 열룩 견본을 Warwick Equest Ltd. 사에서 구입하고, 통상의 서양 유럽식 세탁기 (Miele Waschmaschine Softronic W 2241)에서, 가열 없이 (18 °C에서 세탁) 59분 세탁 사이클을 선택, 및 1.25 g의 에테르아민 첨가제 및 에테르아민의 첨가 후 pH를 재조정하기 위한 약간의 염산 함유 또는 미함유 75 g의 액체 세제 조성물 LA1 (표 8)을 사용하여 세탁하였다. 물의 경도는 2.5 mM (Ca^{2+} : Mg^{2+} 는 3:1 이었음) 이었다. 표준 비색 측정법을 사용하여, 세탁 전후 각각의 오염에 대한 L^* , a^* 및 b^* 값을 수득하였다. L^* , a^* 및 b^* 값으로부터, 오염 수준을 산출하였다.

[0113] 견본으로부터의 열룩 제거를 하기와 같이 산출하였다:

$$\text{열룩 제거 지표 (SRI)} = (\Delta E_{\text{initial}} - \Delta E_{\text{washed}}) * 100 / \Delta E_{\text{initial}}$$

[0114] $\Delta E_{\text{initial}}$ = 세탁 전 열룩 수준

[0115] ΔE_{washed} = 세탁 후 열룩 수준

[0116] 각각의 열룩 유형에 대하여 6회 반복 시험하였다. 하기에 제시된 값은 평균 값이다. 열룩 수준은 섬유상의 기름의 양에 해당한다. 세탁 전 섬유의 열룩 수준 ($\Delta E_{\text{initial}}$)은 높고, 세탁 과정에서 열룩이 제거되어, 세탁 후 열룩 수준은 낮다 (ΔE_{washed}). 열룩이 보다 잘 제거될수록, ΔE_{washed} 값은 보다 낮아지고, $\Delta E_{\text{initial}}$ 에 대한 차이는 보다 커질 것이다. 따라서, 열룩 제거 지표의 값은 세탁 성능이 우수할수록 증가한다.

표 8: 액체 세제 조성을 LA1

액체 세제 조성을 LA1 의 성분	중량%
알킬 벤젠 솔포네이트 ¹	7.50%
AE3S ²	2.60%
AE9 ³	0.40%
NI 45-7 ⁴	4.40%
시트르산	3.20%
C1218 지방산	3.10%
양친매성 중합체 ⁵	0.50%
양쪽이온성 분산제 ⁶	1.00%
에톡실화 폴리에틸렌이민 ⁷	1.51%
프로테아제 ⁸	0.89%
효소 ⁹	0.21%
킬레이트제 ¹⁰	0.28%
증백제 ¹¹	0.09%
용매	7.35%
수산화나트륨	3.70%
향료 & 염료	1.54%
물, 충전제, 구조화제	나머지 중량%

[0120]

¹ Stepan, Northfield Illinois, USA 사에서 입수한, 평균 지방족 탄소쇄 길이 C11-C12 를 갖는 선형 알킬벤젠 솔포네이트

[0122]

² AE3S 는 Stepan, Northfield, Illinois, USA 사에서 입수한, C12-15 알킬 에톡시 (3) 솔페이트임

[0123]

³ AE9 는 Huntsman, Salt Lake City, Utah, USA 사에서 입수한, 평균 에톡실화도 9 를 갖는 C12-14 알코올 에톡실레이트임

[0124]

⁴ NI 45-7 은 Huntsman, Salt Lake City, Utah, USA 사에서 입수한, 평균 에톡실화도 7 을 갖는 C14-15 알코올 에톡실레이트임

[0125]

⁵ 웬덤 그래프트 공중합체는 폴리에틸렌 옥시드 주쇄 및 복수의 폴리비닐 아세테이트 측쇄를 갖는 폴리비닐 아세테이트 그래프트된 폴리에틸렌 옥시드 공중합체임. 폴리에틸렌 옥시드 주쇄의 분자량은 약 6000 이고, 폴리에틸렌 옥시드 대 폴리비닐 아세테이트의 중량비는 약 40 내지 60 이고, 50 개의 에틸렌 옥시드 단위 당 1 개 이하의 그래프팅 지점을 가짐.

[0126]

⁶ 하기 일반 구조를 갖는 화합물: 비스((C₂H₅O)(C₂H₄O)_n)(CH₃)-N+-CxH₂x-N+-CH₃)-비스((C₂H₅O)(C₂H₄O)_n) (여기서 n = 20 내지 30 이고, x = 3 내지 8 임), 또는 이의 솔페이트화 또는 솔포네이트화 변형물

[0127]

⁷ -NH 당 20 개의 에톡실레이트기를 갖는 폴리에틸렌이민 (MW = 600)

[0128]

⁸ 프로테아제는 Genencor International, Palo Alto, California, USA (예를 들어 Purafect Prime®) 또는 Novozymes, Bagsvaerd, Denmark (예를 들어 Liquanase®, Coronase®) 사에서 입수할 수 있음

[0129]

⁹ Natalase®, Mannaway® 는 모두 Novozymes, Bagsvaerd, Denmark 사의 제품임

[0130]

¹⁰ 적합한 킬레이트제는, 예를 들어, Dow Chemical, Midland, Michigan, USA 사에서 입수한 디에틸렌테트라아민 펜타아세트산 (DTPA) 또는 Solutia, St Louis, Missouri, USA 사에서 입수한 디에틸렌 트리아민 펜타(메틸 포스폰)산 또는 헤드록시에탄 디 포스포네이트 (HEDP) 임

[0131]

¹¹ 형광 증백제 1 은 Tinopal® AMS 이고, 형광 증백제 2 는 Ciba Specialty Chemicals, Basel, Switzerland 사에서 입수한 것임

표 9: 결과

열류	A	B	C	D
소 지방	75.3	80.2	78.8	75.1
돼지 지방	70.2	77.7	77.7	72.7
소시지 지방	72.9	79.5	77.0	75.9
베이컨 기름	74.5	79.1	80.3	75.3
앵커(Anchor) 버터	60.6	69.1	66.9	63.6

[0132]

A: 부가적인 에테르아민 첨가제 미함유 액체 세제 조성물 LA1 (표 8),

[0134]

B: 실시예 1에 기재된 에테르아민 (1 몰 글리세린 + 3 몰 BuO + 3 몰 PO, 아민화된 것) 함유 액체 세제 조성물 LA1 (표 8)

[0135]

C: 실시예 3에 기재된 에테르아민 (1 몰 글리세린 + 6 몰 BuO, 아민화된 것) 함유 액체 세제 조성물 LA1 (표 8)

[0136]

D: 비교예 5에 기재된 에테르아민 (1 몰 글리세린 + 6 몰 PO, 아민화된 것) 함유 액체 세제 조성물 LA1 (표 8)

[0137]

상기 시험에서의 3개의 모든 에테르아민은 6:1의 알킬렌 옥시드:글리세롤 몰비를 가졌다. 5 가지 모든 기름 열류에 대하여, 부틸렌-옥시드 함유 에테르아민 (B 및 C) 이, 부틸렌 옥시드 미함유 에테르아민 (D) 및 에테르아민 미함유 액체 세제 조성물 (A)에 비해 우수한 세정 효과를 나타냈다.