

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2010年7月1日(01.07.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/074342 A1

- (51) 国際特許分類:
C11D 1/29 (2006.01) C11D 3/20 (2006.01)
C11D 3/04 (2006.01) C11D 17/08 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/071891
- (22) 国際出願日: 2009年12月25日(25.12.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-330495 2008年12月25日(25.12.2008) JP
特願 2009-284895 2009年12月16日(16.12.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 花王株式会社 (KAO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1038210 東京都中央区日本橋茅場町一丁目1番10号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 光田義徳 (MITSUDA, Yoshinori) [JP/JP]; 〒6408580 和歌山県和歌山市湊1334花王株式会社研究所内 Wakayama (JP). 富藤健 (TOMIFUJI, Takeshi) [JP/JP]; 〒6408580 和歌山県和歌山市湊1334花王株式会社研究所内 Wakayama (JP). 福島哲朗 (FUKUSHIMA, Tetsuaki) [JP/JP]; 〒6408580 和歌山県和歌山市湊1334花王株式会社研究所内 Wakayama (JP).
- (74) 代理人: 古谷聡, 外 (FURUYA, Satoshi et al.); 〒1030007 東京都中央区日本橋浜町2-17-8、6F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: SURFACTANT COMPOSITION

(54) 発明の名称: 界面活性剤組成物

(57) Abstract: Disclosed is a surfactant composition which includes (a) 40-58 mass% of a specific polyoxyalkylene alkyl ether sulfate ester salt having a structure to which propylene oxide is added, (b) 13-20 mass% of an alcohol with a carbon number of 1-6, (c) 0.002-0.5 mass% of an alkaline agent, and water.

(57) 要約: 本発明は、(a) プロピレンオキサイドが付加した構造を有する特定のポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩40～58質量%、(b) 炭素数が1～6のアルコール13～20質量%、(c) アルカリ剤0.002～0.5質量%、及び水を含有する界面活性剤組成物である。



WO 2010/074342 A1

明細書

発明の名称

界面活性剤組成物

技術分野

本発明は、界面活性剤組成物に関する。具体的には、特定の構造を有するアルキルエーテル硫酸エステル塩を含有する界面活性剤組成物に関する。

背景技術

ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩は、高級アルコール又はそのアルキレンオキサイド付加物の硫酸エステル塩からなるアニオン界面活性剤であり、皮膚に対する刺激が少なく、液体洗浄剤、例えば、食器用洗剤、シャンプー、衣料用洗剤等の主活性剤として広く使用されている。

また、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩は、その一般的な製造法から、単一な物質ではなく、また、主には水を含む組成物として流通されている。その組成物中の一般的なポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩の含有量は、溶液物性から、30質量%未満若しくは70質量%付近となっている。しかしながら、該含有量が30質量%未満の場合、組成物の貯槽や反応槽の容量や生産効率、輸送にかかる経費等の面から好ましいとは言えない。そのため可能な限り高濃度であることが望ましい。また80質量%を超えると流

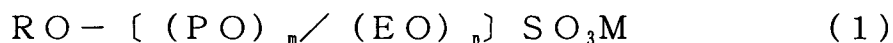
動性がないため取扱いの面で好ましいとは言えない。

このように、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を高濃度に含有する組成物は、工業段階では有用であり、従来そのような組成物を得るための技術が種々提案されている。JP-A 49-15706には、所定の製造方法により、エタノール、水、高級第二アルコールエトキシレート硫酸エステル塩を所定比率で含有する溶液が得られることが開示されている。また、JP-A 3-93900には、所定の製造方法により、高濃度でアルコールエトキシサルフェート含有し、実質的にエタノールやメタノール等の低級アルコールを含まない液状の界面活性組成物が得られることが開示されている。

更にGB-A 1428273には、液体洗剤組成物として、炭素数2から4の一級アルコールまたはイソプロパノールの配合により、高濃度で均一液状のアルコールエトキシサルフェートの溶液が得られることが開示されている。

発明の要約

本発明は、(a) 下記一般式(1)で表される化合物〔以下、(a)成分という〕40～58質量%、(b)炭素数が1～6のアルコール〔以下、(b)成分という〕13～20質量%、(c)アルカリ剤〔以下、(c)成分という〕0.002～0.5質量%、及び水を含有する界面活性剤組成物に関する。



(式中、Rは炭素数8～24の炭化水素基であり、POとEOは夫々プロピレンオキシ基とエチレンオキシ基であり、m、nはPO又はEOの数平均付加モル数を示し、それぞれ $0 < m < 5$ 、 $0 < n \leq 20$ となる数である。Mは陽イオンである(但し水素イオンを除く)。POとEOの付加はブロックでもランダムでもよ

い。)

発明の詳細な説明

従来の技術では、このようなポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を高濃度で配合した場合に、長期保存条件下において匂いや色相が損なわれることがあった。

本発明は、プロピレンオキサイドが付加した構造を有するポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を高濃度で含有し、且つ長期保存条件下での匂いや色相の安定性にも優れた界面活性剤組成物を提供する。

本発明によれば、プロピレンオキサイドが付加した構造を有するポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を高濃度で含有し、且つ長期保存条件下での匂いや色相の安定性にも優れた界面活性剤組成物が提供される。

本発明の界面活性剤組成物は洗浄剤基剤として有用である。

〔（a）成分〕

一般式（１）において、Rは、好ましくは炭素数８～２０の直鎖状又は分岐鎖状のアルキル基又はアルケニル基である。更にRの炭素数が１０～２０であれば、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩の、界面活性能及び水に対する溶解性のバランスがより良好となる。アルキル基及びアルケニル基としては、各種デシル基、各種ドデシル基、各種テトラデシル基、各種ヘキサデシル基、各種オクタデシル基、各種イコシル基、各種オクタデセニル基等が挙げられる。

（a）成分は、一般式（１）中のRがアルキル基である化合物を含むことが好ましい。また、Rの炭素数が８～１６、更に１０～１４、特に１２～１４である

化合物を含むことが好ましい。(a)成分は、石化原料由来のアルコール又は天然油脂原料由来のアルコールから誘導されたものが使用できる。

また、一般式(1)中の m はPO付加モル数であり、(a)成分における数平均値が0超であって5未満となる数であるが、液体洗浄剤の主活性剤として用いる場合、長期保存安定性を考えたとき、平均値は好ましくは0.1～3であり、また、基本性能である洗浄性、低温安定性、洗浄剤組成物の物性、生分解性などを総合的に考えたとき、平均値は好ましくは0.1～3であり、より好ましくは0.2～2、特に好ましくは0.3～0.9である。なお、一般式(1)中の「/」はPOとEOとを区切るための便宜的な記号である。

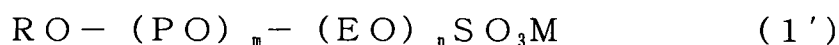
一般式(1)中の n はEO付加モル数であり、(a)成分における数平均値が0超であって20以下となる数であり、PO付加モル数と同様に液体洗浄剤の主活性剤としての基本性能を総合的に考えたとき、数平均値は好ましくは0.3～1.2であり、より好ましくは0.6～1.0、さらに洗浄性や安定性から、より好ましくは0.8～5であり、特に好ましくは1～2.3である。

また、一般式(1)中のPOとEOの付加方法において、EOとPOはブロック付加されていてもランダム付加されていてもよく、ブロック付加されている場合はEOとPOの付加の順番は任意で、たとえば、EO/PO、PO/EO、EO/PO/EOなどが好ましい。なかでも、RO-に、PO、EOの順でブロック付加した化合物が好ましい。

また、一般式(1)中の M は、塩を形成する陽イオン基であり、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、およびモノ、ジ、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。

(a) 成分としては、一般式(1)のRO-に、PO、EOの順でブロック付加した、下記一般式(1')で表される化合物が好ましい。一般式(1')の好ましいR、m、Mは、それぞれ一般式(1)と同じである。



(式中、Rは炭素数8～24の炭化水素基であり、POとEOは夫々プロピレンオキシ基とエチレンオキシ基であり、m、nはPO又はEOの数平均付加モル数を示し、それぞれ $0 < m < 5$ 、 $0 < n \leq 20$ となる数である。Mは陽イオンである(但し水素イオンを除く。))

本発明の界面活性剤組成物に用いられる(a)成分は、特に限定されるものではないが、例えば、RO-に、PO、EOの順でブロック付加した化合物の場合には、以下の工程(I)～(III)を含む工程から製造することができる。

工程(I)：炭素数8～24の炭化水素基、好ましくは炭素数8～24のアルキル基を有するアルコール1モルに、プロピレンオキサイドを平均で0モル超、5モル未満の範囲で付加させる工程。

工程(II)：上記工程(I)で得られたプロピレンオキサイド付加物に、エチレンオキサイドを平均で0モル超、20モル以下の範囲で付加させる工程。

工程(III)：上記工程(II)で得られたアルコキシレートを硫酸化し、次いで中和する工程。

前記工程（I）で使用されるアルコールの具体例としては、ヤシ油、パーム油又は牛脂等から誘導された天然アルコール、並びに、オキソ法、チーグラー法及びパラフィン直接酸化法等によって得られた合成高級アルコール等が挙げられる。アルコールは、飽和、不飽和のいずれでもよく、1級、2級のいずれでもよいが、飽和、1級が好ましい。また、アルコールは分岐鎖のものを用いても良い。

また、上記アルコール1モルに対するプロピレンオキシドの使用量は、一般式（I）で表されるポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を製造できる量であることが好ましい。具体的には、上記アルコール1モルに対するプロピレンオキシドを0モル超であって5モル未満の数であるが、液体洗浄剤の主活性剤として用いる場合、基本性能である洗浄性、低温安定性、生分解性、洗浄剤組成物の物性などを総合的に考えたとき、好ましくは0.1～3モルであり、また、製造時における反応性から、より好ましくは0.2～2モルであり、より好ましくは0.3～0.9である。

工程（II）は、上記工程（I）で得られたプロピレンオキシド付加物にエチレンオキシドを平均で0モル超、20モル以下の範囲で付加させる工程である。上記アルコール1モルに対するエチレンオキシドの使用量は、（a）成分を製造できる量であることが好ましい。具体的には、上記アルコール1モルに対するエチレンオキシドが0モル超であって20モル以下の数であるが、PO付加モル数と同様に液体洗浄剤の主活性剤としての基本性能を総合的に考えたとき、好ましくは0.3～12、より好ましくは0.6～10、さらに洗浄性や安定性より、好ましくは0.8～5モルであり、より好ましくは1～2.3モルである。

工程（I）、（II）を実施する方法としては、従来公知の方法が使用可能である。すなわち、オートクレーブにアルコールとアルコールに対し0.5～1モル%

の水酸化カリウム（ KOH ）等を触媒として仕込み、昇温・脱水し、 $120 \sim 160^\circ\text{C}$ の温度で、それぞれ所定量のプロピレンオキサイド及びエチレンオキサイドを付加反応させることにより製造できる。このとき、付加形態はブロック付加であり、かつプロピレンオキサイド付加〔工程（I）〕、エチレンオキサイド付加〔工程（II）〕の順に行う。使用するオートクレーブには攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えられていることが望ましい。

工程（III）は、上記工程（II）で得られたアルコキシレートを硫酸化し、次いで中和させる工程である。硫酸化の方法としては、三酸化硫黄（液体又は気体）、三酸化硫黄含有ガス、発煙硫酸、クロルスルホン酸等を用いる方法が挙げられるが、特に、廃硫酸及び廃塩酸等の発生を防止する観点から、三酸化硫黄をアルコキシレートと同時にガス状又は液状で連続的に供給する方法が好ましい。

硫酸化物の中和方法としては、所定量の中和剤を攪拌しながら、これへ硫酸化物を添加して行き中和を行うバッチ式と、硫酸化物と中和剤を配管内へ連続的に供給し、攪拌混合機にて中和を行う連続式などが挙げられるが、本発明では中和方法に限定はない。ここで使用される中和剤としてはアルカリ金属水溶液、アンモニア水、トリエタノールアミンなどが挙げられるが、アルカリ金属水溶液が好ましく、より好ましくは水酸化ナトリウムである。

上記のようにして得られた（a）成分は、該（a）成分の濃度が $10 \sim 70$ 質量％の水溶液として使用することが好ましい。この水溶液を用いて、最終的に（a）～（c）成分が本発明所望の比率となるように調整する。なお、中和剤（水酸化ナトリウム等）又はその水溶液に（b）成分を混合して中和を行うことは、製法の簡易さ等から好ましい。また中和剤と（c）成分を同時に添加しても良く、また中和剤と（b）成分、（c）成分を同時に添加しても良い。なお、中和剤とし

て (c) 成分に該当する化合物を用いる場合、該 (c) 成分の使用量は、(a) 成分の前駆化合物である硫酸化物、例えば、前記した工程 (III) で得られた硫酸化物の中和に必要な量に加え、本発明の界面活性剤組成物中の (c) 成分含量が 0.002～0.5 質量%、好ましくは 0.025～0.3 質量%、特に好ましくは 0.05～0.1 質量%となる量、更に本発明の界面活性剤組成物の pH (20℃) が 10～13.6、好ましくは 11～13.5、より好ましくは 11.5～13.4 となる量を用いることで、簡便に本発明の界面活性剤組成物を得ることができる。

従って、本発明により、以下の工程 (i)～(iii) を含む、(a) 成分 40～58 質量%、(b) 成分 13～20 質量%、(c) 成分 0.002～0.5 質量%、及び水を含有する界面活性剤組成物の製造方法が提供される。

工程 (i) : 炭素数 8～24 の炭化水素基、好ましくは炭素数 8～24 のアルキル基を有するアルコール 1 モルに、プロピレンオキシドを 0 モル超、5 モル未満且つエチレンオキシドを 0 モル超、20 モル以下の範囲で付加する工程。

工程 (ii) : 上記工程 (i) で得られたアルコキシレートを硫酸化する工程。

工程 (iii) : 上記工程 (ii) で得られたアルコキシレートの硫酸化物に、該硫酸化物の中和に必要な量よりも多い量の (c) 成分と (b) 成分と水とを含有する混合物を添加して、前記硫酸化物の中和物である (a) 成分と、(b) 成分と、(c) 成分と、水とを含む混合物を得る工程。

工程 (i) は、前記した工程 (I)、(II) と同様に行うことができる。また、工程 (ii) の硫酸化は、前記した工程 (III) と同様に行うことができる。また、工程 (iii) は、硫酸化物の中和量に対して過剰の (c) 成分を (b) 成分と水と

を含む液体混合物（好ましくは水溶液）として用いて、硫酸化物の中和とともに所定量の（c）成分を供給するものである。なお、（c）成分について、「硫酸化物の中和に必要な量よりも多い量」とは、原料からの理論値を採用できる。また、（c）成分は、最終的な界面活性剤組成物のpH（20℃）が10～13.6、更に11～13.5、より更に11.5～13.4となる量を用いることが好ましい。なお、工程（iii）により得られた混合物は、（a）～（c）成分の含有量が本発明の範囲であれば本発明の界面活性剤組成物であり、そのままあるいは更に本発明の範囲で組成を調整して使用することができる。また、工程（iii）により得られた混合物の（a）～（c）成分の含有量が本発明の範囲にない場合は、本発明の範囲となるように組成を調整して本発明の界面活性剤混合物とする。

本発明の界面活性剤組成物は、（a）成分である上記一般式（1）で表されるポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩を、40～58質量%、好ましくは50～58質量%、特に好ましくは52～56質量%含有する。なお、本明細書において、「ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩」には、アルケニル基等、アルキル基以外の構造を有するものも包含するものと定義する。

〔（b）成分〕

（b）成分としては、特に限定されるものではないが、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール等が挙げられ、汎用で且つ、取り扱い性が良いことからより好ましくはエタノールがよい。本発明の界面活性剤組成物は、（b）成分を13～20質量%、好ましくは13～18質量%、特に好ましくは13～16質量%含有する。

〔（ｃ）成分〕

（ｃ）成分としては、特に限定されるものではないが、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の無機化合物、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の有機化合物等が挙げられ、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の無機化合物が好ましく、水酸化ナトリウムがより好ましい。本発明の界面活性剤組成物は、（ｃ）成分を 0.002～0.5 質量％、好ましくは 0.025～0.3 質量％、特に好ましくは 0.05～0.1 質量％含有する。

〔界面活性剤組成物〕

本発明の界面活性剤組成物は、組成物の安定性を維持できる範囲で、（ａ）～（ｃ）成分以外の成分を含有していてもよい。好ましくは、（ａ）～（ｃ）成分の合計が、組成物中、55 質量％以上であり、より好ましくは 60～99 質量％である。

本発明の界面活性剤組成物は水を含有する。水の含有量は、組成物中 45 質量％以下が好ましく、より好ましくは 25～40 質量％である。本発明の界面活性剤組成物は、（ａ）～（ｃ）成分を含有する水溶液であってもよい。また、リン酸塩、クエン酸塩などの pH 緩衝剤や防腐剤、抗菌剤、金属キレート剤等を含有することができる。また、硫酸化反応後に残留するポリオキシアルキレンアルキルエーテル、中和時に副生する無機硫酸塩など（ａ）成分、その他の成分の製造過程で取り込まれる成分が、本発明の効果を損なわない範囲で存在していてもよい。

また、本発明の界面活性剤組成物は、常温（20℃）にて粘度が好ましくは 1000 mPa・s 以下、更に好ましくは 500 mPa・s 以下、より好ましくは 200 mPa・s 以下、特に好ましくは 100 mPa・s 以下である。この粘度

は、ブルックフィールド形（B形）粘度計により20℃の条件で測定されたものである。

本発明の界面活性剤組成物は、長期間の保存安定性の観点から、pH（20℃）が弱アルカリ性～アルカリ性（好ましくはpH10～13.6）であることが好ましく、pH11～13.5であることがより好ましく、pH11.5～13.4であることが特に好ましい。また、本発明の界面活性剤組成物は、液体洗浄剤組成物の成分として好適に使用することができる。この場合、該液体洗浄剤組成物には、必要に応じて色素、香料、可溶化剤、ビルダー等の補助剤を適宜加えることができる。更に、洗浄力や泡立ちを調整する目的で、他のアニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤、アミド型非イオン界面活性剤等を添加することができる。かかる液体洗浄剤組成物は、例えば、シャンプー、ボディシャンプー、台所用洗剤、リキッドソープ等に用いられる。

実施例

次の実施例は本発明の実施について述べる。実施例は本発明の例示について述べるものであり、本発明を限定するためではない。

実施例1～5、比較例1、2

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、および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1625 g仕込んだ。145℃にて付加反応・熟成を行った後、80℃まで冷却し、4.0 kPa (abs) で未反応のエチレンオキシドを除去した。未反応エチレンオキシド除去後、7.3 g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、数平均プロピレンオキシド付加モル数が0.4モル、数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。

得られたアルコキシレートを、 SO_3 ガスを用いて薄膜式硫酸化反応器にて硫酸化した。得られた硫酸化物に、エタノールを含有する水酸化ナトリウム水溶液を加えて、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩〔(a)成分〕、エタノール〔(b)成分〕及び水酸化ナトリウム〔(c)成分〕を、表1に示す濃度で含有する界面活性剤組成物を得た。エタノールを含有する水酸化ナトリウム水溶液は、界面活性剤組成物中のエタノール及び水酸化ナトリウムの濃度が表1の値となるように用いた。界面活性剤組成物の組成分析は、以下の方法で行ったものである。また、界面活性剤組成物のpH、粘度、匂い、色相を以下の方法で評価した。結果を表1に示す。

<組成分析方法>

ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩〔(a)成分〕量はエプトン法より求めた。エタノール〔(b)成分〕量はガスクロマトグラフィーより求めた。水酸化ナトリウム〔(c)成分〕量はHClによる中和滴定より求めた。

<pH>

pH標準液で校正したpH計（株式会社堀場製作所 pHメータ D-51）

を用いて測定を行った。界面活性剤組成物又はその希釈液を20℃にした後、pH計のpHガラス電極を浸けて表示が安定したところを読み取った。

<粘度>

界面活性剤組成物を測定温度に設定した恒温槽で1時間静置させた後に、株式会社トキメック製デジタル粘度計(DVL-B II形)を用いて測定した。粘度は、20℃で測定した。

<匂い>

界面活性剤組成物を槽内の温度が一定に制御できる恒温槽内にて50℃で30日間静置した。製造直後のものと30日間静置後のものを、以下の基準に従って、香料開発部門に10年以上従事している研究員が評価した。

○：製造直後と同様のにおいの強さ、質感である。

×：製造直後よりもにおいが強くなる、又は質感が異なる。

<色相>

界面活性剤組成物を槽内の温度が一定に制御できる恒温槽内にて50℃で15日間静置させた。製造直後、静置5日後、及び静置15日後のそれぞれについて10%クレットナンバーを以下の方法に従って測定した。なお、クレットナンバーは値が小さいほど着色が低いことを意味する。

* 10%クレットナンバーの測定方法

(a) 成分として10gとなるように界面活性剤組成物を採取、水を加えて全量を100mLとし試料溶液とする。均一に溶解した試料溶液をリン酸を用いてpH=7.0±0.1に調整した後、10mmガラスセルに入れて、水を対照に

用いて分光光度計を用い波長420nmの吸光度を測定する。得られた値を1000倍した値を10%クレットナンバーとした。

表 1

			実施例					比較例	
			1	2	3	4	5	1	2
界面活性剤組成物 (質量%)	(a)	ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩 (PO=0.4モル/EO=1.5モル ブロック付加)	54	54	54	54	54	54	54
	(b)	エタノール	15	15	15	15	15	15	15
	(c)	NaOH	0.05	0.1	0.3	0.002	0.005	0.001未満	0.6
	水		残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
	合計		100	100	100	100	100	100	100
pH(20℃)			13.1	13.3	13.5	11.7	12.3	8.5	13.7
粘度(mPa・s/20℃)			75	75	75	81	81	75	75
匂い(50℃/30日後)			○	○	○	○	○	×	○
色相 (10%クレットナンバー)	製造直後		7	6	6	5	5	6	5
	50℃/5日後		7	8	13	4	4	5	25
	50℃/15日後		6	12	23	3	5	5	—

表中、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩は、一般式(1)においてRO-にPO、EOの順でブロック付加した化合物であり、一般式(1)中のRが炭素数12のアルキル基と炭素数14のアルキル基の混合アルキル基であり、mが0.4、nが1.5、Mがナトリウムの化合物である。また、比較例2では、静置5日後の色相変化に鑑み、静置15日後の色相の評価は行わなかつ

た。

実施例 6 ～ 8、比較例 3、4

ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩〔(a)成分〕として、表 2 に示す化合物を用いた以外は、実施例 1 等と同様にして表 2 に示す組成の界面活性剤組成物を得た。なお、表 2 のポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸エステル塩〔(a)成分〕は、実施例 1 等の製法に準じて得られたものであり、アルコールにエチレンオキシドを数平均で 1 モル付加した後、プロピレンオキシドを数平均で 2.5 モル付加したエトキシレートの硫酸化物から得られたものである。実施例 1 等と同様の評価を行った結果を表 2 に示す。

表 2

			実施例			比較例	
			6	7	8	3	4
界面活性剤 組成物 (質量%)	(a)	ポリオキシアルキレンアルキルエーテル 硫酸エステル塩 (EO=1モル/PO=2.5モルブ ロック付加)	54	54	54	54	54
	(b)	エタノール	15	15	15	15	15
	(c)	NaOH	0.05	0.1	0.3	0.001未満	0.6
	水		残部	残部	残部	残部	残部
	合計		100	100	100	100	100
pH(20℃)		原液	13.1	13.1	13.6	8.5	13.7
		希釈液*	12.5	12.4	12.6	8.5	12.5
粘度(mPa・s／20℃)			115	115	115	115	115
匂い(50℃／30日後)			○	○	○	×	×
色相 (10%クレットナンバー)		製造直後	5	6	6	6	5
		50℃／5日後	6	7	12	8	21
		50℃／15日後	8	11	15	22	—

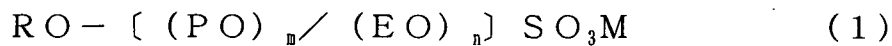
* (a)成分が10質量%になるように界面活性剤組成物を水で希釈した希釈液

表中、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩は、一般式(1)においてR O-にE O、P Oの順でブロック付加した化合物であり、一般式(1)中のRが炭素数12のアルキル基と炭素数14のアルキル基の混合アルキル基であり、mが2、5、nが1、Mがナトリウムの化合物である。また、比較例4では、静置5日後の色相変化に鑑み、静置15日後の色相の評価は行わなかった。

請求の範囲

請求項 1

(a) 下記一般式 (1) で表される化合物 40～58 質量%、(b) 炭素数が 1～6 のアルコール 13～20 質量%、(c) アルカリ剤 0.002～0.5 質量%、及び水を含有する界面活性剤組成物。



(式中、Rは炭素数8～24の炭化水素基であり、POとEOは夫々プロピレンオキシ基とエチレンオキシ基であり、m、nはPO又はEOの数平均付加モル数を示し、それぞれ $0 < m < 5$ 、 $0 < n \leq 20$ となる数である。Mは陽イオンである(但し水素イオンを除く)。POとEOの付加はブロックでもランダムでもよい。)

請求項 2

水の含有量が45質量%以下である請求項1記載の界面活性剤組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/071891

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C11D1/29(2006.01)i, C11D3/04(2006.01)i, C11D3/20(2006.01)i, C11D17/08(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C11D1/29, C11D3/04, C11D3/20, C11D17/08, A61K8/46, C07C303/24, C07C305/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2010

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2010 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2007-176894 A (Kao Corp.), 12 July 2007 (12.07.2007), claims; paragraph [0018]; examples (Family: none)	1, 2
Y	JP 55-84399 A (The Lion Fat & Oil Co., Ltd.), 25 June 1980 (25.06.1980), claims (Family: none)	1, 2

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 March, 2010 (05.03.10)Date of mailing of the international search report
16 March, 2010 (16.03.10)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/071891

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 62-246549 A (Sand AG.), 27 October 1987 (27.10.1987), claims; example 2 & US 4879399 A & US 4980087 A & GB 2185488 A & DE 3700280 A & FR 2593083 A & BE 1000131 A & CH 668266 A & NL 8700035 A & IT 1216779 B & IT 8747520 D0	1,2
Y	JP 2000-345191 A (Kao Corp.), 12 December 2000 (12.12.2000), claims; examples (Family: none)	1,2
A	JP 2008-156608 A (Kao Corp.), 10 July 2008 (10.07.2008), claims; paragraphs [0025], [0026]; examples (Family: none)	1,2
P,A	JP 2009-143980 A (Kao Corp.), 02 July 2009 (02.07.2009), claims; paragraph [0030]; examples (Family: none)	1,2
P,A	WO 2009/008542 A1 (Kao Corp.), 15 January 2009 (15.01.2009), claims; page 11, lines 2 to 7 & JP 2009-35726 A	1,2

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C11D1/29(2006.01)i, C11D3/04(2006.01)i, C11D3/20(2006.01)i, C11D17/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C11D1/29, C11D3/04, C11D3/20, C11D17/08, A61K8/46, C07C303/24, C07C305/10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 0 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 0 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 0 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-176894 A（花王株式会社）2007.07.12, 特許請求の範囲、段落【0018】、実施例 （ファミリーなし）	1, 2
Y	JP 55-84399 A（ライオン油脂株式会社）1980.06.25, 特許請求の範囲 （ファミリーなし）	1, 2

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 5 . 0 3 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 3 . 2 0 1 0

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

藤原 浩子

4 V

4 0 4 7

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 8 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 62-246549 A (サンド アクチエンゲゼルシャフト) 1987. 10. 27, 特許請求の範囲、例 2 & US 4879399 A & US 4980087 A & GB 2185488 A & DE 3700280 A & FR 2593083 A & BE 1000131 A & CH 668266 A & NL 8700035 A & IT 1216779 B & IT 8747520 D0	1, 2
Y	JP 2000-345191 A (花王株式会社) 2000. 12. 12, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 2008-156608 A (花王株式会社) 2008. 07. 10, 特許請求の範囲、段落【0025】、【0026】、実施例 (ファミリーなし)	1, 2
P, A	JP 2009-143980 A (花王株式会社) 2009. 07. 02, 特許請求の範囲、段落【0030】、実施例 (ファミリーなし)	1, 2
P, A	WO 2009/008542 A1 (花王株式会社) 2009. 01. 15, 特許請求の範囲、第 11 頁第 2 - 7 行、 & JP 2009-35726 A	1, 2