



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.<sup>3</sup>: C 11 D

9/22

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



**PATENTSCHRIFT** A5

11

**639 997**

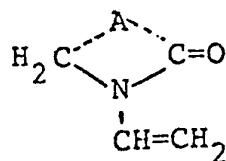
<p>21 Gesuchsnummer: 8704/78</p>	<p>73 Inhaber: Colgate-Palmolive Company, New York/NY (US)</p>
<p>22 Anmeldungsdatum: 16.08.1978</p>	
<p>30 Priorität(en): 17.08.1977 US 825350</p>	<p>72 Erfinder: Gerard Gerald Sonenstein, Yardly/PA (US)</p>
<p>24 Patent erteilt: 15.12.1983</p>	
<p>45 Patentschrift veröffentlicht: 15.12.1983</p>	<p>74 Vertreter: E. Blum &amp; Co., Zürich</p>

**54 Seifenzusammensetzung.**

57 Die Seifenzusammensetzung enthält, neben einem wasserlöslichen Alkali-, Ammonium- oder niedrigmolekularem Aminalsalz einer C<sub>8</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettsäure 0,1 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Fettsäuresalzes, eines Mischpolymeren. Das letztere besteht aus

(1) Maleinsäure- oder Fumarsäureanhydrid oder Malein- oder Fumarsäure oder einem niederalkylsubstituierten Homologen davon und/oder einem gegebenenfalls im C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylrest substituierten C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkylpartialester der genannten Säuren oder deren niederalkylsubstituierten Homologen und

(2) einem Vinylactam der Formel



worin A in Anspruch 1 definiert ist,

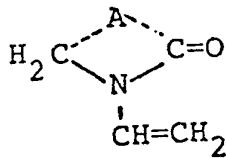
einem Vinylester einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 6 C-Atomen, einem C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylvinylether oder deren Mischungen.

Diese Seifenzusammensetzung weist eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Rissbildung auf.

## PATENTANSPRÜCHE

1. Seifenzusammensetzung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einem wasserlöslichen Alkali-, Ammonium- oder niedrigmolekularen Aminalsalz einer C<sub>8</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettsäure und 0,1 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Fettsäuresalzes, eines Mischpolymeren aus (a) Maleinsäure- oder Fumarsäureanhydrid oder Malein- oder Fumarsäure oder einem niederalkylsubstituierten Homologen davon und/oder einem gegebenenfalls im C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkylbrest substituierten C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkylpartialester der genannten Säuren oder deren niederalkylsubstituierten Homologen und

(b) einem Vinylactam der Formel



worin A die Ergänzung zu einem 5-7gliedrigen Heteroring bildet und die zusätzlichen Ringglieder aus Kohlenstoff-, Stickstoff-, Sauerstoff- und/oder Schwefelatomen bestehen, einem Vinylester einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 6 C-Atomen, einem C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylvinylether oder deren Mischungen.

2. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Fettsäuresalz ein Natriumsalz einer C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Fettsäure ist.

3. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Fettsäuresalz aus einer Mischung von Natriumsalzen von Fettsäuren besteht, die sich aus 70 bis 90 Gew.-% Talg und/oder hydriertem Talg und 10 bis 30 Gew.-% Kokosnussöl und/oder hydriertem Kokosnussöl herleiten.

4. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischpolymere ein Mischpolymer aus (a) dem partiellen Methylester der Maleinsäure und (b) Vinylacetat ist.

5. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischpolymere ein ¼- bis ½-Partial-ester ist.

6. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischpolymere ein Vinylpyrrolidon-Maleinsäureanhydrid-Mischpolymeres ist.

7. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie 10 bis 100 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Seife, eines anionischen oder nichtionischen Detergenz auf Nicht-Seifenbasis enthält.

8. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischpolymere ein Vinylacetat-Maleinsäureanhydrid-Mischpolymeres ist.

9. Seifenzusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Mischpolymere ein Methylvinylether-Maleinsäure-Mischpolymeres ist.

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Seifenzusammensetzung mit verbesserter Beständigkeit gegen Rissbildung. Sie enthält anionische Polymaleinsäure-Elektrolyte und ist charakterisiert durch einen stabileren und cremigeren Schaum und durch ein grösseres Schaumvolumen als solche Zusammensetzungen, die keine anionischen Polymaleinsäure-Elektrolyte enthalten. Die erfindungsgemässen Produkte zeigen in der Regel bemerkenswerte, die Haut geschmeidig

machende und glättende Wirkungen und zusätzlich dazu entzündungshemmende Eigenschaften.

Seifenzusammensetzungen und insbesondere Seifenstücke enthalten im allgemeinen bis zu etwa 20% Wasser, wobei das Wasser eine wesentliche Komponente in der Seife ist, die das Bearbeiten und Formen der Seife zu Seifenstücken ermöglicht. Die Anwesenheit von Wasser in Seifenstücken ergibt Probleme hinsichtlich der Rissbildung in der fertigen Seife, insbesondere beim Altern. Während des Alterns findet zweifellos eine Änderung der kristallinen Phase statt, und das Austreten von Feuchtigkeit trägt dazu bei, dass die Seifenstücke nicht formbeständig sind.

Es wurde nun gefunden, dass bestimmte anionische Polymaleinsäure-Verbindungen, wenn man sie Seifenzusammensetzungen zusetzt und aus solchen Mischungen Seifenstücke herstellt, den Seifenstücken ausgezeichnete Formbeständigkeit und hervorragende Beständigkeit gegen Rissbildung verleihen. Zusätzlich wurde gefunden, dass viele andere wünschenswerte Eigenschaften der Seife vorteilhaft beeinflusst werden. So fand man, dass die erfindungsgemäss erhaltenen Seifenstücke einen cremigeren, länger anhaltenden Schaum und auch ein grösseres Schaumvolumen ergaben. Ferner wurde eine deutliche geschmeidigmachende oder «weichmachende» Wirkung gefunden, mit der eine bestimmte «Glätte» auf der Haut verbunden war.

Es sind schon zahlreiche polymere Verbindungen zu Seife zugesetzt worden, z.B. ist aus US-PS 3383320 bekannt, ein thermoplastisches Harz als eine Matrix für Seife zu verwenden, um die ursprünglichen Abmessungen des Seifenstückes beizubehalten. Gemäss der GB-PS 1288805 werden wasserunlösliche Polymerteilchen der Seife zugesetzt, um ihr ein geschmeidiges Gefühl zu verleihen. Aus US-PS 3819525 ist es bekannt, festen, granulierten Polyvinylalkohol, dessen Teilchen durch Maschensiebe mit einer Appertur von 0,71–0,044 mm hindurchgehen, der Seife zuzusetzen, um der Seife zur Hautreinigung eine sanft schmirgelnde Eigenschaft zu geben. Die US-PS 3278444 beschreibt polymere Sulfonate wie z.B. Polystyrolsulfonat, die der Seife zugesetzt werden, um die Beständigkeit der Seife gegen ein Verschorfen zu verbessern. In der US-PS 2938887 wird vorgeschlagen, Copolymere einer aromatischen Vinylverbindung und einen Diester einer ungesättigten Dicarbonsäure als Dispersionsmittel für Kalkseifen-Niederschläge einzusetzen.

Polymaleinsäure-Verbindungen sind in nicht in Stückform vorliegenden Detergenz-Zusammensetzungen, besonders als Phosphatersatz, bekannt, siehe US-PS 3764559. Sie sollen auch dazu dienen, die Erhaltung des Weissgrades der Wäsche zu verbessern, siehe US-PS 3794605. Ferner wurde es mit Seife als ein Zusatz zu nichtionischen Seifenmischeraufschlämmungen eingesetzt, um sprühgetrocknete teilchenförmige Produkte herzustellen.

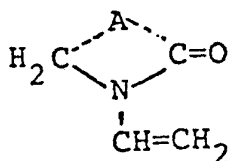
Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine in Stückform herstellbare Seifenzusammensetzung zu schaffen, die sich im Unterschied zu den bisher bekannten Seifenzusammensetzungen durch eine verbesserte Beständigkeit gegen Rissbildung, einen stabilen, cremigen Schaum mit grossem Schaumvolumen und mit bemerkenswerten geschmeidigmachenden und die Haut glättenden Wirkungen auszeichnet.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss durch eine Seifenzusammensetzung gelöst, die gekennzeichnet ist durch einen Gehalt an einem wasserlöslichen Alkali-, Ammonium- oder niedrigmolekularen Aminalsalz einer C<sub>8</sub>- bis C<sub>24</sub>-Fettsäure und 0,1 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Fettsäuresalzes, eines Mischpolymeren aus

(1) Maleinsäure- oder Fumarsäureanhydrid oder Malein- oder Fumarsäure oder einem niederalkylsubstituierten Homologen davon und/oder einem gegebenenfalls im C<sub>1</sub>-

C<sub>4</sub>-Alkylrest substituierten C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkylpartialester der genannten Säuren oder deren niederalkylsubstituierten Homologen und

(2) einem Vinylactam der Formel



worin A die Ergänzung zu einem 5-7gliedrigen Heteroring bildet und die zusätzlichen Ringglieder aus Kohlenstoff-, Stickstoff-, Sauerstoff- und/oder Schwefelatomem bestehen, einem Vinylester einer aliphatischen Monocarbonsäure mit 2 bis 6 C-Atomen, einem C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylvinylether oder deren Mischungen.

Demnach sind als anionische Maleinsäure-Copolymere in der erfindungsgemässen Seifenzusammensetzung insbesondere solche geeignet, die aus

a) Maleinsäureanhydrid, Maleinsäure und/oder deren partiellen C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylestern oder z.B. mit OH-Gruppen usw. substituierten C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylestern und

b) C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylvinylethern, Vinylestern von C<sub>2</sub>- bis C<sub>6</sub>- Monocarbonsäuren, Vinylactamen, beispielsweise Vinylpyrrolidon, Vinylmorpholinon, Vinylloxazolidinon usw., also Verbindungen mit 5-, 6- oder 7gliedrigen Heteroringen, sowie Mischungen derselben bestehen.

Die hier beschriebenen, in der erfindungsgemässen Seifenzusammensetzung enthaltenen Misch- oder Copolymeren in Form ihrer freien Säure oder ihres Anhydrids sollen mit den wasserlöslichen Salzen derselben, z.B. mit den oben beschriebenen Natrium-, Kalium-, Ammonium- und Aminsalzen äquivalent sein. In ähnlicher Weise umfasst der Maleinsäureanteil auch Fumarsäure-, Citraconsäure- und andere C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkylsubstituierte Maleinsäuregruppen.

Die Mischpolymeren sind im allgemeinen im Verhältnis 1:1 äquimolar zusammengesetzte Produkte, sie können aber auch Mol-Verhältnisse von Maleinsäureanhydrid zu Comonomeren im Bereich von etwa 9:1 bis 1:9 aufweisen. Die Menge des anionischen Maleinsäure-Copolymeren liegt im Bereich von 0,1 bis etwa 15 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 10 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht der Seife. Besonders hervorragende Wirkungen werden mit einem Gehalt von 1 bis 5 Gew.-% des Copolymeren, bezogen auf das Gewicht der Seife, erhalten.

Die erfindungsgemässen Seifenzusammensetzungen enthalten ein wasserlösliches Salz einer Fettsäure, beispielsweise sind für den erfindungsgemässen Zweck die Natrium-, Kalium- und andere Alkalisalze, ferner Ammoniumsalze und niedrigmolekulare Aminsalze geeignet, z.B. Mono-, Di- und Triethanol-, Pentaethoxyethanol-, Triethoxymethylamine u. dgl. Bevorzugt werden die Natriumseifen. Die Fettsäuren sind die C<sub>8</sub>- bis C<sub>24</sub>-Säuren, besonders bevorzugt die C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Säuren, die gesättigt, einfach oder mehrfach ungesättigt sein können. Die handelsüblichen Seifen werden überwiegend aus Talg und/oder hydriertem Talg (Talgfettsäuren und hydrierte Talgfettsäuren) und Kokosnussöl und/oder hydriertem Kokosnussöl (d.h. Fettsäuren) und deren Mischungen abgeleitet. Andere übliche Fettsäurequellen sind Baumwollsaatöl, Sojaöl, Maisöl, Olivenöl, Palmöl, Erdnussöl, Fischöle usw. Bevorzugte Seifen enthalten etwa 50 bis 95 Gew.-% Talgfettsäuren und etwa 5 bis 50 Gew.-% Kokosfettsäuren. Besonders bevorzugt sind Seifen mit ca. 70 bis 90 Gew.-% Talgfettsäuren und etwa 10 bis 30 Gew.-% Kokosfettsäuren. Auch synthetische Fettsäuren können eingesetzt werden. Diese ent-

halten eine beträchtliche Menge (10 bis 50 Gew.-%) verzweigter Fettsäuren. Eine besonders geeignete Seife enthält 80 bis 88 Gew.-% Talgfettsäuren und etwa 12 bis 20 Gew.-% Kokosfettsäuren.

Die Seifenzusammensetzungen gemäss der Erfindung können, bezogen auf die erfindungsgemässe Seife, eine geringere Menge, z.B. 1 bis 10 Gew.-%, bis zu einer bedeutenden Menge (z.B. etwa 20 bis 100 Gew.-%) eines Detergenz auf Nicht-Seifenbasis enthalten. Beispiele sind  $\alpha$ -sulfonylierte C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettsäureester, die in der US-PS 3223 645 beschrieben sind, höhere (C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-) Alkylethersulfonate mit 1 bis 30 Molen Ethylenoxid, (C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-) Paraffinsulfonate, (C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-)  $\alpha$ -Olefin-sulfonate, C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettsäuremonoglyceridsulfate und Alkylbenzolsulfonate, z.B. Decyl-, Dodecyl-, Tridecyl-, Tetradecyl-, Pentadecyl-(linear oder verzweigt)-benzolsulfonate. Falls gewünscht, können auch kleiner Mengen, z.B. etwa 1 bis 20 Gew.-%, eines nichtionischen Detergenz eingesetzt werden, vorzugsweise solche, die sich von linearen aliphatischen Alkoholen mit 9 bis 18 C-Atomen und Ethylenoxid (etwa 1 bis 50 Mole) ableiten. Mischungen von Ethylen- und Propylenoxid können ebenfalls eingesetzt werden, z.B. in einem Mol-Verhältnis Propylenoxid: Ethylenoxid von etwa 5:1 bis zu 1:10.

Es können auch andere übliche und konventionelle Zusätze und Hilfsmittel den erfindungsgemässen Seifenzusammensetzungen zugesetzt werden, z.B. Antioxidantien in einer Menge von etwa 0,01 bis 5 Gew.-%, Pigmente und Farbstoffe (etwa 0,01 bis 10 Gew.-%), Germicide, Baktericide und Fungicide (etwa 0,01 bis 5 Gew.-%), Parfüme, anorganische Füllmittel (etwa 0,1 bis 10 Gew.-%), Feuchtmittel (etwa 0,1 bis 10 Gew.-%), Konditioniermittel (etwa 0,1 bis 10 Gew.-%), chelatbildende Mittel (etwa 0,1 bis 5 Gew.-%) und ähnliche.

Die in der erfindungsgemässen Zusammensetzung eingesetzten anionischen Maleinsäure-Copolymeren können der Seifenzusammensetzung in jeder geeigneten Stufe der Seifenherstellung zugesetzt werden. Man kann die Polymeren der Kesselseife (in der Regel etwa 60 bis 70 Gew.-% Seife und 30 bis 40 Gew.-% Wasser) oder den Seifenflocken mit oder ohne Wasser zusetzen, um das Homogenisieren zu erleichtern. Das Vermischen von Seife und Polymeren kann in einem konventionellen Walzwerk, einem Sigma-Bandmischer oder einem Seifenmischer oder Amalgamator vorgenommen werden, und anschliessend wird die Mischung vorzugsweise stranggepresst (z.B. im Vakuum stranggepresst) und in die endgültige Stückform extrudiert. Es können sowohl Raumtemperaturen als auch höhere Temperaturen von etwa 60 bis 120 °C angewandt werden, wobei die höheren Temperaturen oft Löslichkeit, Fließfähigkeit, Mischen, Bearbeitung und dgl. erleichtern. Der Ausdruck «Seifenstück» wird hier in dem Sinne gebraucht, dass man darunter jede feste Form in jeder Grösse und Gestalt versteht. Beispielsweise unterscheidet man Zusammensetzungen in Form von Granulaten, Teilchen, Kügelchen, Nudeln und ähnlichem.

Diese in der erfindungsgemässen Zusammensetzung brauchbaren anionischen Maleinsäure-Copolymeren sind bekannt und können durch bekannte konventionelle Verfahren zur Mischpolymerisation von Maleinsäureanhydrid (oder dessen Partialester, z.B. Monoalkylester) mit dem oder den ausgewählten Monomeren hergestellt werden. In der Regel ist die Radikalpolymerisation (z.B. mit Benzoylperoxid) die in Frage kommende Methode. Beispiele für bestimmte Mischpolymere, die für die erfindungsgemässen Seifenzusammensetzungen geeignet sind, sind die folgenden, wobei in Klammern das angewandte Mol-Verhältnis angegeben ist:

- Vinylpyrrolidon-Maleinsäureanhydrid (1:1);
- Vinylpyrrolidon-Monomethylmaleat (1:1);
- Vinylpyrrolidon-Monoethylmaleat (1:2);
- Vinylpyrrolidon-Monohydroxyethylmaleat (1:3);

- e) Vinylacetat-Monomethylmaleat (1:1);
- f) ½-Methylester von (a);
- g) ¼-Methylester von (a);
- h) Methylvinylether-Monomethylmaleat (1:1);
- i) Methylvinylether-Maleinsäureanhydrid (2:3);
- j) ½-Methylester von (i);
- k) ½-n-Butylester von (i);
- l) Isopropylvinylether-Monoethylmaleat (1:1).

Die polymeren Partialester können auch aus den entsprechenden Maleinsäureanhydrid-Mischpolymeren und Alkohol, z.B. 1 Mol Alkohol pro Mol Maleinsäureanhydrid in Mischpolymeren, um den Halbester zu erhalten, hergestellt werden. So können beispielsweise 15,6 g Methylvinylether-Maleinsäureanhydrid-Mischpolymeres (1:1) bei Zimmertemperatur in Methylalkohol im Überschuss (z.B. 100 ml) gelöst werden, um den ½-Methylester zu erhalten.

Die für den erfindungsgemässen Zweck geeigneten Mischpolymeren werden darüber hinaus durch mittlere Molekulargewichte von insbesondere etwa 50000 bis 500000, vorzugsweise von etwa 100000 bis 1500000, ganz besonders bevorzugt von etwa 150000 bis 1000000, charakterisiert.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele weiter erläutert, ohne darauf beschränkt zu sein. Alle Mengen- und Verhältnisangaben sind, wenn nichts anderes angegeben ist, Gewichtsangaben.

#### Beispiel 1

18,0 g eines Vinylacetat-Monomethylmaleat-Mischpolymeren (Verhältnis 1:1, Molekulargewicht 500000) wurden in 84,0 g heissem Wasser (70 °C) gelöst. 250 g Seifenflocken (Natriumseife aus 85% Talgfettsäuren und 15% Kokosfettsäuren) wurden zugesetzt, wobei man eine schwerflüssige Paste erhielt, die auf einem kleinen Walzwerk mit drei Walzen gemahlen wurde. Die Scherwirkung der Walzen reduzierte die Viskosität der Mischung, worauf weitere 248 g der Seifenflocken zugesetzt und das Mahlen fortgesetzt wurde. Die Mischung wurde anschliessend durch die drei Walzen eines grossen Walzwerks geschickt. Anschliessend wurde die Mischung ohne Vakuumbehandlung, d.h. ohne Entlüftung, zu Seifenstücken gepresst. Die Seifenstücke zeigten einen hohen Grad an Schlüpfrigkeit, und beim Händewaschen bildeten sie viel cremigen, kleinporigen, festen Schaum. Die Hände fühlten sich sehr geschmeidig an.

#### Beispiel 2

Zu 2500 g Seifenflocken aus Beispiel 1 wurde 1 l Wasser in kleinen Mengen in einen mit Heizmantel versehenen Sigma-Bandmischer gegeben, wobei die Manteltemperatur mit Hilfe von Dampf auf 104,4 bis 110,0 °C gehalten wurde. Man erhielt eine sehr dickflüssige cremartige Paste. Zu dieser Paste wurden langsam 120 g Pulver des Mischpolymerisats aus Beispiel 1 zugegeben, wobei die Temperatur auf etwa 101,5 °C anstieg. Nach einstündigem Mischen erhielt man eine glatte, homogene, weisse Paste. Diese Paste wurde in einem Trockenschrank mit Umwälzluft bei 60 °C über Nacht getrocknet. Das erhaltene Produkt wurde dann im Sigma-Bandmischer erneut gemischt, auf einem Drei-Walzenwerk gemahlen, ausgebreitet und dann ca. 70 Stunden an der Luft getrocknet. Der Feuchtigkeitsgehalt der Seifenmasse betrug 3,4%. Anschliessend wurde der Feuchtigkeitsgehalt in einem Amalgamator auf 13,8% eingestellt, und 20 g Titandioxid und Parfüm zugesetzt. Anschliessend wurde die Masse wiederum gemahlen, um Flocken zu erhalten. Die Flocken wurden Vakuum-stranggepresst und zu ausgezeichneten Seifenstücken mit einer Anfangshärte von 85 bis 90 extrudiert. Die Seifenstücke wurden in üblicher Weise gepresst unter Verwendung einer standardisierten Glycerin/Salzlösung als Trennmittel. Es fand kein Kleben an der Form statt.

Die erhaltenen Seifenstücke wiesen eine grosse Schaumkapazität auf, zeigten auf der Haut eine angenehme Schlüpfrigkeit, riefen keinerlei Reizungen im Gesicht hervor und machten die Haut weich. Alle diese Merkmale wurden besser bewertet als bei der gleichen Seife ohne den erfindungsgemässen Polymerzusatz.

Bei der Prüfung auf Nassrissbildung wurden folgende Ergebnisse erhalten:

	½ Stunde nass Rissprüfungsindex	1 Stunde nass Rissprüfungsindex
Kontrollseifenstück <sup>1</sup>	50	43
Seifenstück aus Beispiel 2	6	16

<sup>1</sup> Die Kontrollseife hat die gleiche Zusammensetzung und wurde genauso hergestellt wie die Seife nach Beispiel 2; sie enthielt jedoch keinen Polymerzusatz.

Der ½-Stunde-Risstest wird in folgender Weise durchgeführt: zunächst werden etwa 25 bis 30% der einen Fläche des Seifenstücks abgeschabt. Das Seifenstück wird dann für 30 Minuten in Wasser von 24 °C getaucht und anschliessend bei Raumtemperatur über Nacht getrocknet. Die Zahl und die Stärke der Risse auf der abgeschabten Oberfläche werden festgestellt. Die Stärke der Risse wird mit einer Skala von 1 bis 5 bewertet, wobei der Wert 1 für Bleistift- oder Haarrisse und der Wert 5 für tiefe und breite Risse gilt. Die Skalenzahl, multipliziert mit der Zahl der Risse, ergibt jeweils die in der obigen Tabelle aufgeführte Zahl.

Der 1-Stunde-Risstest wird ähnlich durchgeführt, jedoch werden von den einander gegenüberliegenden Flächen je 10% abgeschabt und das Seifenstück eine Stunde in Wasser liegen gelassen.

Der Härtetest wird mit einem Dietert-Härtemesser durchgeführt und ergibt Werte von 0 bis 100, wobei 0 die geringste und 100 die grösste Härte angibt. Bei dem Test benutzt man einen federnden Ball, um das Eindringen des Balles auf der Oberfläche des Seifenstückes zu messen. Werte von 85 sind die besten.

#### Beispiel 3

Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei aber 175 g Mischpolymerisat (5%) verwendet wurden. Die fertigen Seifenstücke zeigten eine Anfangshärte von 88 bis 93 und einen Endfeuchtigkeitsgehalt von 10%.

#### Beispiel 4

Beispiel 2 wurde wiederholt unter Anwendung von 87,5 g Mischpolymerisat, und man erhielt ausgezeichnete Seifenstücke mit einer Härte nach dem Strangpressen von 88 bis 94. Bei dem ½-Stunde-Risstest wies das Seifenstück einen Nassrissindex von 20 auf.

#### Beispiel 5

Es wurden Seifenstücke mit 0%, 1%, 3% und 5% Mischpolymerisat aus Beispiel 1 hergestellt. Bei dem Verfahren wurde Kesselseife (68% Seifenfeststoff, gleiche Fettsäurezusammensetzung wie in den vorausgehenden Beispielen) in einem geschlossenen Mischer (um Wasserverlust zu vermeiden) bei 121,1 °C gemischt, bis sie transparent (glasig) wurde. Die Masse wurde dann gemahlen und mit 2,0 g Titandioxid und 1,5 g Parfüm vermischt, dann wieder gemahlen und stranggepresst.

Feuchtigkeitsgehalt, Härte und Rissindex sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

% Polymeres	Ursprüngliche Feuchtigkeit (%)	Ursprüngliche Härte	½-Stunden-Nassrissindex
0	10,6	85-88	126
1	13,8	89-91	100
3	12,6	89-92	70
5	10,5	90-93	32

#### Beispiel 6

Zu einer Mischung von Kesselseife (68% Seifenfeststoffe, chemisch sind die Seifenfettsäuren denen vom Beispiel 1 gleich) in einem Reed-Mischer wurden 4 Gew.-%, bezogen auf die Seifenfeststoffe, eines 1:1-Maleinsäureanhydrid-Vinylacetat-Copolymeren (Molekulargewicht 500000) zugesetzt. Die Temperatur der Mischung wurde 65 Minuten lang bei 112,8 bis 180,6 °C gehalten. Die Mischung wurde anschliessend aus dem Mischer entfernt gekühlt, dann zweimal gemahlen, stranggepresst und schliesslich zu Stücken gepresst. Man erhielt folgende Ergebnisse:

Härte	96-97
Feuchtigkeit der Flocken	13,0%
Feuchtigkeit des Seifenstücks	7,5%
½-Std.-Rissindex	35
Vergleichsindex der Kontrollseife (ohne Polymere)	120

#### Beispiel 7

Beispiel 6 wurde wiederholt unter Verwendung des Mischpolymerisats aus Beispiel 1. Es wurde ein besonders gutes Seifenstück hergestellt. Schaumverhalten (Dauer) und Schaumvolumen waren ausgezeichnet. Die Schaumstruktur war sehr dicht, cremig (kleine Bläschen), und die Schaumstabilität erwies sich als hervorragend. Die erhaltenen Seifenstücke waren zähfest und hatten eine ausgezeichnete Schlagfestigkeit. Die «Nassschlupfrigkeit» ist merklich, jedoch trocknet die Seife sehr schnell, ohne eine gallertartige, weiche oder schlupfrige Oberfläche zu hinterlassen. Die Härte des Seifenstückes betrug 94-95, der Feuchtigkeitsgehalt 6,2% und der ½-Stunde-Rissindex 16. Zum Vergleich erhielt man für die Kontrollseife einen entsprechenden Rissindex von 120.

#### Beispiel 8

Beispiel 6 wurde wiederholt unter Verwendung von 4 Gew.-%, bezogen auf den Seifenfeststoffgehalt, Gantrez S-97,

ein Methylvinylether-Maleinsäure-Copolymeres, Verhältnis 1:1. Die Seifenstücke hatten durchweg ausgezeichnete Eigenschaften. Die Härte betrug 91-92, der Feuchtigkeitsgehalt der Stücke 8,3%, der ½-Stunden-Nassrissindex 9.

5

#### Beispiel 9

Beispiel 6 wurde wiederholt unter Verwendung von 4 Gew.-%, bezogen auf die Seifenfeststoffe, eines alternierenden Copolymeren von N-Vinylpyrrolidon und Maleinsäureanhydrid im Verhältnis 1:1. Das Herstellungsverfahren war das gleiche, nur dass die Manteltemperatur des Reed-Mischers 115,6 bis 120 °C betrug. Der Schaum war ausgezeichnet, es trat keine Verschorfung auf, und das Trocknen erfolgte sehr schnell. Der Nassrissindex war 9, und das getestete Stück Seife zeigte keine Endrisse.

15

#### Beispiel 10

Beispiel 6 wurde wiederholt unter Verwendung der folgenden Polymeren in den angegebenen Mengen anstelle des Mischpolymeren aus Beispiel 6:

20

- a) N-Vinylpyrrolidon-Monomethylmaleat (1:1) 3%
- b) N-Vinylpyrrolidon-Mono-(hydroxyethyl)-maleat 3%
- 25 (1:1)
- c) Ethylvinylether-Monomethylmaleat (1:1) 4%
- d) Isobutylvinylether-Monoethylmaleat (1:2) 4%
- e) Methylvinylether-Monomethylmaleat (1:1) 3%
- f) N-Vinylloxazolidinon-Maleinsäureanhydrid 4%
- 30 (1:1)
- g) ½-Methylester von (f) 4%
- h) ¼-Isobutylester von (f) 4%
- i) N-Vinylmorpholinon-Maleinsäureanhydrid (1:1) 4%
- 35 j) ½-Methoxytriglykol-[CH<sub>2</sub>O(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>H]-Ester des Copolymeren aus Beispiel 6 4%
- k) ¼-Methylester des Polymeren aus Beispiel 6 4%
- l) ⅓-Methylester des Polymeren aus Beispiel 6 4%

40

Die vorliegende Erfindung wurde im Hinblick auf die bevorzugten Ausführungsformen näher erläutert. Es versteht sich, dass mögliche Abänderung und Variationen, die dem Fachmann durch die Erfindung nahegelegt werden, ebenfalls unter den beanspruchten Gegenstand der Erfindung fallen.

45