



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: C 11 D 9/26
C 11 D 13/00
C 11 D 17/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



⑫ **PATENT SCHRIFT** A5

626 400

②① Gesuchsnummer:	6885/77	⑦③ Inhaber:	Colgate-Palmolive Company, New York/NY (US)
②② Anmeldungsdatum:	03.06.1977		
③⑩ Priorität(en):	04.06.1976 US 693076	⑦② Erfinder:	Warren R. Schubert, Somerset/NJ (US)
②④ Patent erteilt:	13.11.1981		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	13.11.1981	⑦④ Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

⑤④ **Toiletteseifenstück mit einem Gehalt an Polyäthylenoxid und Verfahren zu dessen Herstellung.**

⑤⑦ Das Toiletteseifenstück weist einen Seifengehalt von mindestens 60 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, und einen Gehalt an einem Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100'000 auf. Vorzugsweise enthält es 0,5 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, an dem Polyäthylenoxid.

Die Herstellung des Toiletteseifenstückes erfolgt indem man feuchte Seifenspäne mit dem in gepulverter Form vorliegenden Polyäthylenoxid vermischt und die Seifenspäne mit dem daran haftenden Polyäthylenoxidpulver zu dem Toiletteseifenstück verformt.

Durch die Auswahl des Polyäthylenoxides und das Herstellungsverfahren werden Toiletteseifenstücke erhalten, die keine sichtbaren und fühlbaren Flecken aufweisen.

PATENTANSPRÜCHE

1. Toiletteseifenstück mit einem Seifengehalt von mindestens 60 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht und einem Gehalt an Polyäthylenoxid, dadurch gekennzeichnet, dass das Seifenstück Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100,000 enthält und ein fleckenfreies Aussehen besitzt.

2. Toiletteseifenstück nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es 0,5 bis 10 Gew.-% an dem Polyäthylenoxid mit dem Molekulargewicht von mindestens 100 000, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, enthält, und vorzugsweise einen Seifengehalt von über 70 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, aufweist.

3. Toiletteseifenstück nach Patentanspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass es zusätzlich 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-% an hydrolysiertem Protein enthält.

4. Toiletteseifenstück nach Patentanspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das in ihm enthaltene hydrolysierte Protein ein Molekulargewicht von 600 bis 12 000, vorzugsweise von 1000 bis 3000 aufweist.

5. Toiletteseifenstück nach Patentanspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass es als hydrolysiertes Protein ein Hydrolyseprodukt von Collagen enthält.

6. Toiletteseifenstück nach einem der Patentansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es 1 bis 4 Gew.-% Polyäthylenoxid enthält.

7. Toiletteseifenstück nach einem der Patentansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das in ihm enthaltene hydrolysierte Protein in dem Seifenstück einen Gehalt an Hydroxyprolin von 0,1 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, ergibt.

8. Toiletteseifenstück nach einem der Patentansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass es ein Überfettungsmittel in einer Menge von bis zu 10 Gew.-%, vorzugsweise in einer Menge von 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, enthält.

9. Toiletteseifenstück nach Patentanspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass es als Überfettungsmittel acetyliertes Lanolin enthält.

10. Verfahren zur Herstellung des Toiletteseifenstückes gemäss Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens 60 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des fertigen Seifenstückes an feuchten Seifenspänen verwendet und diese mit Polyäthylenoxid vermischt, wobei das Polyäthylenoxid ein Molekulargewicht von mindestens 100,000 aufweist und in gepulverter Form vermischt wird, und dass man die auf diese Weise erhaltenen Seifenspäne mit daran haftendem Polyäthylenoxidpulver zu dem Toiletteseifenstück verformt.

11. Verfahren nach Patentanspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass man 0,5 bis 10 Gew.-% Polyäthylenoxid, bezogen auf das Trockengewicht des fertigen Seifenstückes, einsetzt, und dass man den Seifenspänen mit dem daran haftenden Polyäthylenoxidpulver weitere Bestandteile zusetzt und anschliessend zu dem Toiletteseifenstück verformt.

12. Verfahren nach Patentanspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass man Seifenspäne mit einem Feuchtigkeitsgehalt von mindestens 11 Gew.-% verwendet, die mit dem pulverförmigen Polyäthylenoxid vermischt werden.

13. Verfahren nach Patentanspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass man als Ausgangsmaterial Seifenspäne mit einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 11 Gew.-% verwendet und diesen zunächst Wasser bis zur Erreichung eines Feuchtigkeitsgehaltes von mindestens 11 Gew.-% zufügt und anschliessend das pulverförmige Polyäthylenoxid zumischt.

14. Verfahren nach einem der Patentansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man den Seifenspänen mit dem

daran haftenden Polyäthylenoxidpulver als weiteren Bestandteil ein hydrolysiertes Protein, ein Überfettungsmittel oder ein synthetisches Tensid oder eine Mischung aus zwei oder drei dieser Komponenten zusetzt.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Toiletteseifenstück mit einem Gehalt an Polyäthylenoxid eines hohen Molekulargewichts, welches ein fleckenfreies Aussehen besitzt.

Es ist bekannt, dass alkalische Feinseifenstücke die vom Verbraucher bevorzugte Schlüpfrigkeit aufweisen wenn sie befeuchtet werden und einen glatten Schaum ergeben.

Seifenstücke, die grössere Mengen an synthetischen Detergentien enthalten, besitzen andererseits diese Eigenschaft nicht, und um diesen Nachteil zu beheben ist bereits vorgeschlagen worden in derartige Feinseifenstücke Polyäthylenoxid einzuarbeiten. Es sei in diesem Zusammenhang auf Kapitel 9 des Buches «Water Soluble Resins» von Robert L. Davidson und Marshall Sitting, veröffentlicht von Reinhold, New York, 1962, insbesondere Seite 197 und Seite 198, verwiesen. In diesem Buch wird ebenfalls die Verwendung von Polyäthylenoxid in Handcremen, Rasiercremen und Shampoos beschrieben und es wird erwähnt, dass in Cremen und Lotionen auf Seifenbasis, wie zum Beispiel Mattcremen, durch den Polyäthylenoxidzusatz die Schaumbildung verringert wird.

Es zeigte sich jedoch, dass dann wenn man einem Seifenstück Polyäthylenoxid zugibt ein fleckiges Aussehen des Seifenstückes hervorgerufen wird, und ein derartiges Aussehen wird vom Verbraucher im allgemeinen abgelehnt.

Ziel der vorliegenden Erfindung war es ein Toiletteseifenstück mit einem Gehalt an Polyäthylenoxid zu schaffen, welches ein fleckenfreies Aussehen aufweist.

Überraschenderweise hat es sich gezeigt, dass die angestrebten Ziele dadurch erreicht werden können, dass man dem Seifenstück ein Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100,000 einverleibt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Toiletteseifenstück mit einem Seifengehalt von mindestens 60 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, und einem Gehalt an Polyäthylenoxid, das dadurch gekennzeichnet ist, dass es Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100 000 enthält und ein fleckenfreies Aussehen besitzt.

Ein bevorzugtes erfindungsgemässes Toiletteseifenstück zeichnet sich dadurch aus, dass es 0,5 bis 10 Gew.-% an dem Polyäthylenoxid mit dem Molekulargewicht von mindestens 100,000, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, enthält und vorzugsweise einen Seifengehalt von über 70 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, aufweist.

Ein Vorteil, der im allgemeinen bei den erfindungsgemässen Seifenstücken durch den Gehalt an dem Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100,000 erreicht wird ist derjenige, dass diese hart und bruchfest sind und beim Befeuchten die vom Verbraucher geschätzte Schlüpfrigkeit erreichen.

Ferner erzeugen derartige Seifen im allgemeinen einen cremigen, angenehmen seidigen und wirksamen Schaum, und sie besitzen zwar im allgemeinen eine hohe Feuchtigkeitsaufnahme bei der Verwendung, jedoch trotzdem eine gute Abriebfestigkeit und eine lange Lebensdauer und sind selbst dann noch biegsam und bruchfest wenn ein grosser Teil des Seifenstückes bereits verbraucht ist.

Durch den Gehalt der erfindungsgemässen Seifenstücke an dem Polyäthylenoxid mit einem Molekulargewicht von mindestens 100,000 kann ferner eine pflegende Wirkung für die Hände erreicht werden, und es kann beispielsweise das Auftreten von feinen Rissen in der Haut und das Abschälen der Haut

verhindert werden, weil die erfindungsgemässen Seifenstücke im allgemeinen in der Lage sind einer trockenen Haut Feuchtigkeit zuzuführen.

Bevorzugte erfindungsgemässe Toiletteseifenstücke enthalten zusätzlich 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 1–5 Gew.-% an hydrolysiertem Protein.

Das in ihnen als weitere Komponente enthaltene Protein besitzt im allgemeinen ein Molekulargewicht im Bereich von 600 bis 12,000, vorzugsweise im Bereich von 1000 bis 3000. Ein speziell bevorzugtes, zu diesem Zweck eingesetztes Protein ist ein hydrolysiertes Protein, das ein Hydrolyseprodukt von Collagen enthält.

Speziell vorteilhafte Eigenschaften weisen solche erfindungsgemässe Seifenstücke auf, die einen Gehalt an dem Polyäthylenoxid von 1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, aufweisen.

Wenn die erfindungsgemässen Seifenstücke als weitere Komponente hydrolysiertes Protein enthalten, dann ist ein Gehalt an Hypdxyprolin von 0,1 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des Seifenstückes, speziell bevorzugt.

Die erfindungsgemässen Toiletteseifenstücke können ausserdem ein Überfettungsmittel in einer Menge von bis zu 10 Gew.-%, vorzugsweise in einer Menge von 1–5 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht, enthalten. Ein bevorzugtes derartiges Überfettungsmittel ist acetyliertes Lanolin.

Wenn man bei der Herstellung des erfindungsgemässen Seifenstückes trockene Seifenspäne mit dem trockenen Polyäthylenoxidpulver eines Molekulargewichtes von mindestens 100,000 vermischt, dann kann eine Agglomeration des Polyäthylenoxides auftreten, und es können unerwünschte Inhomogenitäten in dem fertigen Seifenstück entstehen. Es hat sich nun gezeigt, dass diese Nachteile bei der Herstellung des erfindungsgemässen Seifenstückes dadurch vermieden werden können, indem man feuchte Seifenspäne mit dem Polyäthylenoxidpulver vermischt und diese Mischung dann zu dem Toiletteseifenstück verformt.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemässen Toiletteseifenstückes, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man mindestens 60 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des fertigen Seifenstückes, an feuchten Seifenspänen verwendet und diese mit Polyäthylenoxid vermischt, wobei das Polyäthylenoxid ein Molekulargewicht von mindestens 100,000 aufweist und in gepulverter Form vermischt wird, und dass man die auf diese Weise erhaltenen Seifenspäne mit dem daran haftenden Polyäthylenoxid zu dem Toiletteseifenstück verformt.

Bei der Durchführung dieses Verfahrens ist es bevorzugt, dass man 0,5 bis 10 Gew.-% Polyäthylenoxid, bezogen auf das Trockengewicht des fertigen Seifenstückes, einsetzt, und dass man den Seifenspänen mit dem daran haftenden Polyäthylenoxidpulver weitere Bestandteile zusetzt und anschliessend zu dem Toiletteseifenstück verformt.

Speziell bevorzugt ist es bei diesem Herstellungsverfahren Seifenspäne mit einem Feuchtigkeitsgehalt von mindestens 11 Gew.-% mit dem pulverförmigen Polyäthylenoxid zu vermischen.

Wenn man bei dem erwähnten Herstellungsverfahren als Ausgangsmaterial Seifenspäne mit einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 11 Gew.-% verwendet, dann ist es zweckmässig diesen zunächst Wasser bis zur Erreichung eines Feuchtigkeitsgehaltes von mindestens 11 Gew.-% zuzufügen und anschliessend das pulverförmige Polyäthylenoxid zuzumischen.

Bei diesem Herstellungsverfahren kann man den Seifenspänen mit dem daran haftenden Polyäthylenoxidpulver als weiteren Bestandteil ein hydrolysiertes Protein, ein Überfettungsmittel oder ein synthetisches Tensid oder eine Mischung aus zwei oder mehr derartigen Komponenten zusetzen.

Wie bereits erwähnt wurde haben sich bei der Herstellung der erfindungsgemässen Toiletteseifenstücke die beiden folgenden Arbeitsverfahren als besonders vorteilhaft erwiesen:

(a) Man gibt das gepulverte hochmolekulare Polyäthylenoxid zu Seifenspänen mit einem solchen Feuchtigkeitsgehalt, dass das Pulver an diesen haftet (zum Beispiel mindestens etwa 11 % H₂O), und mischt vor dem Zusatz der anderen festen Bestandteile oder

(b) Man gibt das gepulverte hochmolekulare Polyäthylenoxid zu Seifenspänen mit einem geringeren Feuchtigkeitsgehalt, mischt und fügt dann vorsichtig etwas Wasser in feinverteilter Form (um zum Beispiel den Wassergehalt bezogen auf die Seife ausreichend zu erhöhen, um die Haftung des Pulvers zu bewirken) zu, bevor man die anderen festen Bestandteile zusetzt. Der Grund für die Vorteilhaftigkeit dieser Verfahrensweise ist bisher nicht bekannt, aber es scheint, dass die Teilchen aus hochmolekularem Polyäthylenoxid, deren Feuchtigkeitsaufnahme bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 60 % bei 25°C weniger als 3 % beträgt, ausreichend Feuchtigkeit von den feuchteren Seifenspänen aufnehmen und einzeln an den Oberflächen der Seifenspäne gebunden werden, so dass sie nicht agglomerieren. Wenn nicht genügend Feuchtigkeit für diesen Vorgang zur Verfügung steht, bevor die anderen festen Bestandteile (insbesondere Pulver mit geringen Feuchtigkeitsgehalten, zum Beispiel mit weniger als etwa 8 % Wasser) zugeetzt werden, können letztere hinsichtlich der zugänglichen Feuchtigkeit mit den Polyäthylenoxidteilchen in Konkurrenz treten, so dass sich lose Teilchen des hochmolekularen Polyäthylenoxids zusammenlagern können.

Die Haftfähigkeit der Seifenspäne für Pulver kann wie weiter unten in Beispiel 1 angegeben, getestet werden. Die besten Ergebnisse werden erzielt, wenn der Feuchtigkeitsgehalt auf der Oberfläche so gross ist, dass das Pulver beim kurzzeitigen Kontakt (zum Beispiel 1 bis 2 Minuten) mit der Oberfläche «verschwindet», wie das in Beispiel 1 für Seifenspäne mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 15 % der Fall ist.

Der Anteil der Seife, bezogen auf das Trockengewicht der erfindungsgemässen Seifestücke, beträgt mindestens 60 und vorzugsweise mehr als 70 %. Die Seife kann eine herkömmliche Seife sein, die vornehmlich aus Molekülen mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen besteht und durch Verseifung von für die Seifenherstellung geeigneten Fettmaterialien hergestellt werden kann. Geeignete Fettmaterialien sind beispielsweise tierische, pflanzliche oder synthetische Fette, Öle und Wachse sowie die daraus erhältlichen Fettsäuren. Die Fettsäuren können gemischt sein, so wie man sie aus natürlichem oder hydriertem Talg, Baumwollsamölen, Kokosöl, Palmöl, Babassuöl, Fett und Fischölen erhält. Diese Säuren können aus den jeweiligen Fettmaterialien durch Hydrolyse oder Verseifung gewonnen werden. Ferner sind auch reine Materialien wie Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin- und Ölsäuren geeignet. Erfindungsgemäss werden im allgemeinen vorzugsweise die Natriumsalze der gemischten Fettsäuren von Talg und Kokosnussöl sowie Mischungen derselben verwendet. Eine geeignete derartige Mischung besitzt ein Gewichtsverhältnis von Natriumkokosseife zu Natriumtalgseife im Bereich von etwa 50:50 bis 10:90, wobei ein Verhältnis von weniger als etwa 30:70, zum Beispiel im Bereich von etwa 25:75 bis 17:83 besonders bevorzugt ist. Es ist bekannt, dass höhere Gehalte an Kokosseife in herkömmlichen Seifen schneller mehr Schaum aber gleichzeitig eine grössere Hautreizung ergeben. Geeignet für die erfindungsgemässen Seifestücke sind auch Mischungen von Natriumseifen und den entsprechenden Kaliumseifen (zum Beispiel in Molverhältnissen von Natrium zu Kalium von 90:10 oder 75:25).

Das hochmolekulare Polyäthylenoxid besitzt ein durchschnittliches Molekulargewicht von mindestens etwa 100.000. Beispiele für derartige Verbindungen sind jene von der Union

Carbide Company unter der Bezeichnung «Polyox» vertriebenen Verbindungen. Diese Polymere sind nichtionisch und extrem wasserlöslich und ihre Molekulargewichte liegen im Bereich von etwa 100.000 bis 500.000 oder höher. Es wird bevorzugt, Polymere zu verwenden, die ein durchschnittliches Molekulargewicht von weniger als 1.000.000 und vorzugsweise von nicht mehr als 600 000 wie zum Beispiel 300.000 bis 400 000 besitzen. Der Anteil des hochmolekularen Polyäthylenoxids in der Toilettseife liegt gewöhnlich unterhalb etwa 10% und vorzugsweise oberhalb etwa 0,5%, zum Beispiel bei mindestens etwa 1% und vorzugsweise unterhalb etwa 5% und insbesondere unterhalb 4%. Bei Polyäthylenoxid mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von etwa 300.000 hat ein Anteil um 2% ausgezeichnete Ergebnisse geliefert. Dieses Material mit einem Molekulargewicht von 3000.000 (Polyox WSR N-750) besitzt bei 25°C in 2%iger wässriger Lösung eine Viskosität von etwa 40 Centipoise (Brookfield Spindle No. 1 bei 10 U/Min.) und in 5%iger Lösung eine Viskosität von etwa 600 bis 1000 Centipoise. Die Verwendung von etwa 2% Polyäthylenoxid mit sehr hohem Molekulargewicht von zum Beispiel 4.000.000 bewirkt, dass der Schaum schleimig wird, was weniger erwünscht ist. Nach Angabe des Herstellers besitzen die Polyox-Materialien typischerweise einen pH-Wert von etwa 10 (zum Beispiel in 5%iger Lösung). Seife hat in 1%iger wässriger Lösung typischerweise einen pH-Wert von etwa 10 (zum Beispiel 10,2).

Das Polyäthylenoxid wird gewöhnlich in Form von Pulver eingesetzt und ergibt gewöhnlich die folgende Teilchengrößenverteilung, wenn eine Probe durch eine Serie von Sieben gesiebt wird (vom jeweiligen Sieb zurückgehaltene Menge in Gew.-%; U.S. Sieve Series): Nr. 20 – 5,2%; Nr. 40 – 41,2%; Nr. 60 – 20,7%; Nr. 100 – 16,7%; der Rest geht durch das Nr. 100-Sieb. Oft bevorzugt man die Verwendung eines feinteiligeren Polyäthylenoxidpulvers mit folgender Teilchengrößenverteilung: Nr. 20 – 0,3%; Nr. 40 – 13%; Nr. 60 – 13%; Nr. 100 – 13,9%; der Rest geht durch das Nr. 100-Sieb.

Die Erfindung ist bisher am erfolgreichsten bei der Herstellung von Seifenstücken angewendet worden, die hydrolysiertes Protein enthalten. Ein besonders bevorzugtes hydrolysiertes Protein ist Protein A (Croda Inc., New York, N.Y.), das ein teilweise enzymatisch hydrolysiertes Protein ist, das aus Rinderkollagen stammt. Dieses Protein ist dadurch charakterisiert, dass es eine Bloom-Gramm-Gelfestigkeit bzw. -Gelstärke von 0 (zero Bloom gram gel strength) besitzt, in einer 10%igen (Gewicht/Gewicht) wässrigen Lösung eine Viskosität im Bereich von 16 bis 25 Millipoise (mps) ergibt, einen pH-Wert von 5,5 bis 6,5 aufweist, einen Hydroxyprolingehalt (im wesentlichen chemisch gebundenes Hydroxyprolin) von etwa 10 bis 12 Gew.-%, einen Stickstoffgehalt von etwa 15 bis 18 Gew.-% und einen Aminostickstoffgehalt von etwa 15 bis 18 Gew.-% sowie ein Molekulargewicht von etwa 1000 bis 3000, zum Beispiel 2000, besitzt. Der Aschegehalt ist im allgemeinen gering (zum Beispiel weniger als 10%). Andere verwendbare hydrolysierte Proteine sind unter anderem Hydrolyseprodukte, die Proteosen, Peptone und/oder Polypeptide enthalten und typischerweise ein Molekulargewicht von mindestens etwa 600 und weniger als etwa 12.000, vorzugsweise weniger als 5000 besitzen sowie Anteile einer Vielzahl von Aminosäuren enthalten. Diese Hydrolyseprodukte können durch teilweise enzymatische Hydrolyse wie durch Einwirkung von Trypsin, Erepsin oder Pankreasenzyme auf Proteinmaterial erhalten werden (zum Beispiel 12 bis 48 Stunden bei etwa 35 bis 50°C). Das teilweise abgebaute Protein kann aber auch ein Produkt sein, das man durch teilweise Hydrolyse von Protein durch Einwirkung von Hitze und/oder Alkali erhält. Durch Hitzeeinwirkung teilweise abgebaute Proteine können zum Beispiel durch Erhitzen von proteinhaltigem Material wie Knochen,

Füßen oder Haut von Schweinen oder Rindern, das zu kleinen Stücken zerkleinert und in Wasser eingetaucht ist, hergestellt werden, indem man zwei Stunden lang in einem Autoklaven mit gesättigtem Wasserdampf unter einem Druck von 2,8 bis 3,5 kg/cm² (das heisst bei etwa 141,5 bis 147,6°C) arbeitet. Auf diese Weise werden drei Phasen, nämlich eine Fettphase, die gewünschte wässrige Phase und eine Rückstandsphase erhalten. Die wässrige Phase, die etwa 8 bis 10% Feststoffe enthalten kann, kann im Vakuum bei 60 bis 71°C auf einen Feststoffgehalt von 50 bis 60% konzentriert werden, so dass ein «aufgeschlossenes Kollagen», ein durch Hitzeeinwirkung abgebautes Protein, erhalten wird, das für die Herstellung der erfindungsgemässen Seifenstücke verwendet werden kann. Typische Proteine, die beim erfindungsgemässen Verfahren in teilweise hydrolysierter Form eingesetzt werden können, sind unter anderem Kasein, Gelatine, Kollagen, Albumin, Zein, Gliadin, Keratin, Fibroin, Globulin und Glutenin. Typische im Handel erhältliche teilweise enzymatisch hydrolysierte Proteine sind unter anderem Bacto-Proteose (Difco Laboratories, Detroit, Mich.), Proteose-Pepton, Kasein-Pepton, Gelatine-Pepton, Bacto-Pepton (Difco Laboratories), pflanzliche Paptone wie Sojabohnen-Pepton und Proto-Pepton (Wilson Co.), das enzymatisch aus aufgeschlossenem Kollagen unter Verwendung von gemahlenen gefrorenen Pankreasenzymen mit einem pH-Wert von 8 durch Reaktion für 12 bis 48 Stunden bei etwa 49°C gewonnen wird, wobei das aufgeschlossene Kollagen von erhitzten Knochen, Füßen oder Haut von Schweinen oder Rindern stammt. Die bevorzugten Proteine sind aufgeschlossenes Rinderkollagen und aufgeschlossenes Schweinekollagen, die wie beschrieben hergestellt werden können und im allgemeinen durch eine Gelfestigkeit in Bloom-Einheiten von Null charakterisiert sind.

Das teilweise hydrolysierte Protein kann ein verhältnismässig breites Spektrum von Molekulargewichten besitzen und kann geringe Mengen von nahezu vollständig abgebauten Polypeptiden wie Dipeptiden und Tripeptiden und sogar einige Aminosäuren als Folge des Abbauprozesses enthalten. Falls erwünscht, können diese durch Dialyse entfernt werden. Dies kann zum Beispiel in der Weise erfolgen, dass man das teilweise abgebaute Protein in einen Zellophanbeutel gibt, der dann an beiden Enden verschlossen wird und dann in ein Gefäß eingelassen wird, durch das kontinuierlich entionisiertes Wasser strömt. Produkte wie Tripeptide, Dipeptide und Aminosäuren gehen durch den Zellophanbeutel und werden vom entionisierten Wasser abtransportiert. Die Durchführung der Dialyse bringt einen weiteren Vorteil mit sich, da der Geruch der vollständiger hydrolysierten Bestandteile entfernt wird.

Der Anteil an Proteinbestandteilen im Toilettseifstück beträgt gewöhnlich etwa 0,1 bis 10%. Anteile im Bereich von etwa 1% bis 5% sind bevorzugt, wobei etwa 3% besonders bevorzugt werden. Bei Verwendung des bevorzugten Proteinmaterials ergibt ein Anteil von 1 bis 5% einen Hydroxyprolingehalt von etwa 0,1 bis 0,5% und vorzugsweise etwa 0,3%.

Zusammen mit dem Protein oder anstelle des Proteins können Überfettungsmittel verwendet werden. Es wurde gefunden, dass in den erfindungsgemässen Seifstücken acetyliertes Lanolin (wie Modulan der Firma American Cholesterol; vergl. US-PS 2 725 334) besonders gute Ergebnisse liefert. Andere Überfettungsmittel sind hydroxyliertes Lanolin (zum Beispiel OH Lan der Firma American Cholesterol), höhere C₁₀–C₂₀-Fettsäuren wie Stearinsäure und Kokosnussölsäure, höhere C₁₀–C₂₀-Fettalkohole und Petrolatum. Die Überfettungsmittel werden im allgemeinen in einer Menge von weniger als 10% und vorzugsweise in einer Menge von etwa 1 bis 5%, zum Beispiel 2 bis 3%, verwendet.

Die erfindungsgemäss hergestellten Seifstücke können auch ein synthetisches Tensid mit guten Schäumeigenschaften in hartem Wasser wie ein Alkalimetallsalz von organischen

schwefelsauren Reaktionsprodukten mit einem Alkylrest mit etwa 8 bis 22 Kohlenstoffatomen in ihrer Molekülstruktur wie zum Beispiel Alkylbenzolsulfonate, Kokosnussölfettsäuremonoglyceridsulfonate und -sulfate, Alkalimetallfettsäure (C₁₀–C₁₆)-Isethionate in geringen Mengen enthalten. Ein besonders bevorzugter Ester ist Natriumkokosisethionat (Igepon AC-78 der Firma General Aniline und Film Corporation). Der Anteil an synthetischem Tensid liegt im allgemeinen im Bereich von etwa 0,5 bis 5 % und vorzugsweise im Bereich von etwa 1 bis 3 %, zum Beispiel bei etwa 2 %. Das Gewichtsverhältnis von synthetischem Tensid zu hochmolekularem Polyäthylenoxid liegt vorzugsweise im Bereich von etwa 2:1 bis 1:2, wie zum Beispiel bei 1:1.

Neben den oben angegebenen Bestandteilen kann die erfindungsgemäss hergestellte Seife natürlich weitere herkömmliche Zusätze in geringen Mengen enthalten. Derartige Zusätze sind unter anderem Füllstoffe, Parfüms, Farbstoffe, Fungizide, Anfeuchter (zum Beispiel 0,2 bis 1 % Glycerin) und Bakterizide.

Die Grösse der Toiletteseifestücke reicht von den relativ kleinen Hotelgrössen (20 bis 30 g) zur normalen Grösse (etwa 100 g) bis zur Badegrösse (etwa 150 g) und bis zu besonders grossen Grössen (etwa 200 g). Die erfindungsgemässen Seifestücke können in allen diesen Grössen hergestellt werden, insbesondere im Bereich mit einem Gewicht von 100 bis 200 g. Die Seife kann ausserdem in bekannter Weise geschäumt sein, so dass schwimmende Seifen (Schwimmseifen) mit einer geringeren Dichte wie solche mit einem spezifischen Gewicht von etwa 0,8 erhalten werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich besonders für die Herstellung von pilierten Toiletteseifestücken. Seifestücke dieses Typs sind allgemein bekannt (vergl. zum Beispiel US-PS 3 179 596; Kirk-Othmer «Encyclopedia of Chemical Technology», Band 12, Seiten 573–598, und Alton E. Bailey «Industrial Oil and Fat Products», 2. Ausgabe, 1951, Seiten 365–386 und 840–865). Dementsprechend kann man Grundseife zu trockenen Seifespänen oder -flocken, wie in der angegebenen Literatur beschrieben, verarbeiten und dann vor dem Formen mit den verschiedenen Bestandteilen vermischen.

Der Feuchtigkeitsgehalt der erfindungsgemässen Toiletteseifestücke ist so gross, dass feste nichtklebrige Toiletteseifestücke erhalten werden. Vorzugsweise liegt der Feuchtigkeitsgehalt unter 30 %. Bei pilierten Seifestücken liegt der Feuchtigkeitsgehalt im allgemeinen unter 20 % und vorzugsweise im Bereich von etwa 10 bis 17 %, zum Beispiel bei etwa 13 %.

Pilierte Seifen werden typischerweise aus feinen Kristallen hydratisierter Fettsäuresalze hergestellt. Das hochmolekulare Polyäthylenoxid scheint eine Affinität für die Feuchtigkeit in der Seife zu besitzen, was sich auch bei dem Versuch in Beispiel 1 zeigt. Der physikalische Zustand dieses Materials hinsichtlich der Seifenkristalle ist zur Zeit jedoch nicht bekannt. Im folgenden soll die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert werden.

Beispiel 1

Es wurden Seifespäne bzw. -flocken mit verschiedenen Feuchtigkeitsgehalten (3 %, 9 %, 11 %, 13 % und 15 %) verwendet. 100 g Seifespäne wurden in einen 400 ccm Becher gegeben und mit 2 % Polyäthylenoxidpulver versetzt. Dann wurde mit einem 1 Zoll breiten Spatel eine Minute lang gut durchgemischt. Das verwendete Polyäthylenoxid besass die oben angegebene bevorzugte Teilchengrösseverteilung. Der Inhalt des Becherglases wurde dann auf schwarzem Papier ausgebreitet. Das Papier wurde mit dem Auge geprüft, um festzustellen, wie viel Pulver sich darauf befand, während die Seifespäne unter einem Mikroskop (30-fache Vergrösserung) untersucht wurden. Wenn die Späne 3 und 9 % Feuchtigkeit enthalten, haftet praktisch kein Puder an ihnen und auf dem

schwarzen Papier wird eine Schicht aus weissem Pulver beobachtet. Bei einem Feuchtigkeitsgehalt von 11 % geben die Seifespäne eine feststellbare Menge an Pulver (zum Beispiel etwa 40 % des gesamten Pulvers) an das Papier ab. Unter dem Mikroskop erkennt man die einzelnen Pulverteilchen, die sich auf der Oberfläche der Seifenspäne befinden und lose an diesen haften. Wenn die Seifespäne 13 % Feuchtigkeit enthalten, findet man, dass das Pulver fester haftet, so dass zum Beispiel nur etwa 20 bis 30 % Pulver beim Bewegen der Seifenspäne auf dem Papier freigesetzt werden. Unter dem Mikroskop erkennt man immer noch einzelne Pulverteilchen auf den Oberflächen der Seifenspäne. Wenn die Seifenspäne 15 % Feuchtigkeit enthalten, ist auf dem schwarzen Papier im wesentlichen kein Pulver mehr zu beobachten. Die mikroskopische Prüfung zeigt nahezu sofort, dass im wesentlichen keine Pulverteilchen auf den Oberflächen der Seifenspäne vorhanden sind. Die Oberflächen sehen im wesentlichen genauso aus, als wenn kein Pulver zugesetzt worden wäre.

Beispiel 2

Es wurde ein Seifenstück mit der im folgenden angegebenen Zusammensetzung hergestellt, indem die Bestandteile in der angegebenen Reihenfolge zugesetzt wurden. Die Herstellung erfolgte in einem herkömmlichen Seifenmischer bei Raumtemperatur, wobei sich die Scherblätter während des Zusatzes der verschiedenen Bestandteile bewegten.

Bestandteil	Gew. %
Seifespäne (17 Kokos-Na-Seife/83 Talg-Na-Seife) ¹	88,50
50 %ige wässrige Lösung von Zinn-IV-chlorid (ein Konservierungsmittel)	0,15
Polyäthylenoxid ²	2,00
Wasser	1,00
35 Titandioxidpulver (im wesentlichen trocken; ein Pigment)	0,60
Protein A-Pulver (mit einem Feuchtigkeitsgehalt von bis zu etwa 6 %)	3,00
Natrium-kokos-isethionat-Pulver (mit einem Feuchtigkeitsgehalt von etwa 1 bis 2 %)	2,00
Glycerin	0,50
Acetyliertes Lanolin ³	1,00
Parfüm	1,25
45	100,00

¹ Der Feuchtigkeitsgehalt beträgt etwa 11,5 %; der Feuchtigkeitsgehalt des Seifenstückes 10,5 %; diese Werte ergeben sich aus dem Gewichtsverlust bei 105 °C.

² Polyox WSR N-750 in Pulverform mit einer solchen Teilchengrösse, dass weniger als etwa 5 Gew. % (zum Beispiel 0,3 %) auf einem 20 Mesh-Sieb (US-Standard) zurückgehalten werden.

³ Modulan; zugesetzt in geschmolzenem Zustand (etwa 49 °C).

55 Beim Zusatz zu den Seifespänen im Mischer haften die einzelnen Teilchen des homopolymere Äthylenoxids an den Seifenspänen, insbesondere wenn das Wasser dann auf die sich bewegenden Seifenspäne gesprüht wird. Die anderen Bestandteile werden dann in der angegebenen Reihenfolge zugesetzt, während das Mischen für eine Gesamtzeit von etwa 2 Minuten fortgesetzt wird. Zu diesem Zeitpunkt ist die Mischung nicht zusammengeklumpt, sondern immer noch fließfähig und in Spanform.

65 Die Mischung wurde dann in einer herkömmlichen 5-Walzen-Seifenwalzanlage zu einer Dicke von etwa 0,05 bis 0,1 mm ausgewalzt. Die resultierenden ausgewalzten Seifenspäne hatten eine Temperatur von etwa 34 bis 37 °C. Diese Seifenspäne wurden dann direkt in eine mit einem Heizmantel verse-

hene Seifenstrangpresse eingespeist und zu einem kontinuierlichen Seifenstrang extrudiert. Bei einem Versuch wurde das Extrudieren so durchgeführt, dass die Kerntemperatur des Seifenstrangs direkt nach dem Extrudieren etwa 34 bis 38°C betrug. Bei einem anderen Versuch wurde so gearbeitet, dass die Kerntemperatur in dem Seifenstrang etwa 40 bis 43°C betrug. Die verwendete Strangpresse war eine Doelger-Kirsten Vakuumstrangpresse, Schwantes Design (eight inch double barrel). Die erhaltenen Seifenstränge wurden auf herkömmliche Weise zu Stücken geeigneter Grösse zerschnitten (zum Beispiel mit einem Gewicht von 140 g für ein Badeseifestück und zu einem Gewicht von 100 g für ein Seifestück normaler Grösse. Dann wurden diese Stücke in herkömmlichen Vorrichtungen zu den fertigen Toiletteseifestücken mit abgerundeten Ecken gepresst. Die Stücke, die beim Extrudieren bei höherer Temperatur erhalten worden waren, waren schwieriger zu pressen, ohne dass sie an der Pressvorrichtung festklebten. Wenn der Seifenstrang jedoch auf etwa 38°C abgekühlt wird, geht das spätere Pressen zu Seifenstücken sehr viel besser.

Die Prüfung und die Verwendung der erhaltenen Seifestücke ergab, dass die Oberfläche ähnlich wie bei normalen Seifestücken glatt ist. Die Seifestücke sind hart, bruchfest und glänzend, haben beim Befeuchten eine Schlüpfrigkeit, die für den Verbraucher besonders angenehm ist, ergeben einen cremigen, angenehmen, seidigen und wirkungsvollen Schaum, besitzen eine gute Abriebfestigkeit trotz ihrer hohen Feuchtigkeitsaufnahme, halten lange und sind auch dann noch biegsam und bruchfest, wenn ein grosser Teil des Seifestücks verbraucht worden ist. Darüber hinaus haben sie eine pflegende Wirkung für die Hände.

So wird zum Beispiel das Auftreten von Rissen in der Haut und das Abpellen von Haut verringert sowie insbesondere trockener Haut Feuchtigkeit zugeführt.

Beispiel 3

Beispiel 2 wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass kein Natrium-kokos-isethionat verwendet wurde und der Seifengehalt entsprechend vergrössert wurde.

Beispiel 4

Beispiel 2 wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass kein acetyliertes Lanolin verwendet wurde und der Seifengehalt entsprechend erhöht wurde.

Beispiel 5

Beispiel 2 wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass das Verhältnis von Kokos- zu Talgseife 25/75 betrug, die Seifespäne einen höheren Feuchtigkeitsgehalt (etwa 14%) besaßen, kein Wasser extra zugegeben wurde (und der Feuchtigkeitsgehalt des Seifenstückes somit etwa 13% betrug) und beim Strangpressen höhere Temperaturen angewendet wurden, so dass ein Seifenstrang mit einer Kerntemperatur von etwa 50°C erhalten wurde. Die Oberfläche des Seifenstrangs wurde dann mit kalter Luft abgekühlt. Die Pressformen wurden vor dem Pressen direkt mit einem Film aus Pressschmiermittel (zum Beispiel einer wässrigen Lösung, die 16% Natriumchlorid und 25% Glycerin enthielt) versehen.

Beispiel 6

(a) Beispiel 2 wurde mit der folgenden Zusammensetzung wiederholt:

Bestandteile	Gew. %
Seifenspäne (25 Kokos/75 Talg)	89,25
50%ige wässrige Lösung von Zinn-IV-chlorid	0,15
50%ige wässrige Lösung von Zitronensäure (zur Reaktion mit überschüssigem Alkali)	0,25

Bestandteile	Gew. %
Polyäthylenoxid ¹	2,00
Titandioxid	0,60
Protein A	3,00
Natrium-kokos-isethionat	2,00
Hydroxyliertes Lanolin	1,00
Glycerin	0,50
Parfüm	1,25
	100,00

¹ Zugesezt in Form von Polyox WSR N-750.

(b) Beispiel 6 (a) wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass der Anteil an Polyäthylenoxid auf 1% verringert und der Seifenanteil um 1% erhöht wurde. Verbraucher bevorzugten das Produkt von Beispiel 6 (a).

(c) Beispiel 6 (a) wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass ein zweiter Anteil an Polyäthylenoxid, nämlich 0,5% Polyox WSR-N-3000 (Molekulargewicht 400.000) zugesezt und der Seifengehalt entsprechend auf 88,75% verringert wurde.

Beispiel 7

Beispiel 6 wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass kein Natriumkokosisethionat verwendet wurde (der Anteil an Seifespänen wurde auf 91,25% erhöht) und das Polyäthylenoxid ein mittleres Molekulargewicht von etwa 400 000 (Polyox WSR-N-3000) besass.

Beispiel 8

Es wurden eine Reihe von Seifestücken gemäss Beispiel 2 mit der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Bestandteile	Gew. %
Seife (25 Kokos-Na-Seife/75 Talg-Na-Seife)	88,9
Stearinsäure	4,7
Polyäthylenoxid (Polyox WSR N-750)	1,8
Wasser	2,4
Titandioxid	0,7
Parfüm	1,5
	100,00

Die Stearinsäure wurde zu einer heissen Grundseife gegeben und die resultierende Mischung wurde dann getrocknet und zu Seifenflocken mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 10,6% (gemessen durch den Gewichtsverlust bei 105°C) verarbeitet. Die anderen Bestandteile wurden in der angegebenen Reihenfolge im Mischer zugesezt. Der Feuchtigkeitsgehalt der Seifenstücke betrug etwa 13%.

Beim Vergleich dieser Seifestücke mit einer im Handel erhältlichen Schönheitsseife wurden diese hinsichtlich des Schaums, der Menge an Schaum, der Beschaffenheit des Schaums und dem Gefühl auf der Haut ganz allgemein bevorzugt. Wenn hingegen Seife mit der gleichen Zusammensetzung aber ohne den Zusatz von Polyäthylenoxid getestet wurde, wurde die im Handel erhältliche Schönheitsseife bevorzugt.

Beispiel 9

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei anstelle von Stearinsäure (a) Kokosnussölsäuren oder (b) Palmfettäuren verwendet wurden.

Beispiel 10

Beispiel 2 wurde wiederholt mit dem Unterschied, dass 0,25% einer 50%igen wässrigen Lösung von Zitronensäure zugesezt wurden, kein Natriumkokosisethionat verwendet wurde (der Anteil der Seifespäne wurde auf 91,25% erhöht) und das Polyäthylenoxid ein Molekulargewicht von etwa 400.000 (Polyox WSR-N-3000) besass.