

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5666146号  
(P5666146)

(45) 発行日 平成27年2月12日 (2015. 2. 12)

(24) 登録日 平成26年12月19日 (2014. 12. 19)

(51) Int. Cl.

F I

D O 6 L 1/00 (2006. 01)

D O 6 L 1/00

C 1 1 D 1/722 (2006. 01)

C 1 1 D 1/722

C 1 1 D 1/02 (2006. 01)

C 1 1 D 1/02

請求項の数 12 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2010-25268 (P2010-25268)  
 (22) 出願日 平成22年2月8日 (2010. 2. 8)  
 (65) 公開番号 特開2011-162901 (P2011-162901A)  
 (43) 公開日 平成23年8月25日 (2011. 8. 25)  
 審査請求日 平成24年12月25日 (2012. 12. 25)

(73) 特許権者 000000918  
 花王株式会社  
 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1  
 〇号  
 (74) 代理人 100087642  
 弁理士 古谷 聡  
 (74) 代理人 100076680  
 弁理士 溝部 孝彦  
 (74) 代理人 100091845  
 弁理士 持田 信二  
 (74) 代理人 100098408  
 弁理士 義経 和昌  
 (72) 発明者 佐藤 智哉  
 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会  
 社研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 繊維用精練剤組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 下記一般式(1)で示される非イオン性界面活性剤〔以下、(A)成分という〕  
 を含有する繊維用精練剤組成物であって、

(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8～14の第1級直鎖飽和炭化水素基である  
 非イオン性界面活性剤の割合が90モル%以上であり、

(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8～10の第1級直鎖飽和炭化水素基である  
 非イオン性界面活性剤の割合が5～95モル%、且つRが炭素数11～14の第1級直  
 鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が5～95モル%である、  
 繊維用精練剤組成物。



〔式中、Rは炭素数6～24の炭化水素基を示し、POはプロピレンオキシ基、EOはエ  
 チレンオキシ基を示す。mはプロピレンオキシ基の平均付加モル数であり、0.5～5の  
 数である。nはエチレンオキシ基の平均付加モル数であり、3～30の数である。なお、  
 (PO)<sub>m</sub>、(EO)<sub>n</sub>はこの順にブロック結合している。〕

【請求項 2】

(A)成分中、一般式(1)中のRがn-ドデシル基である非イオン性界面活性剤の割  
 合が5～95モル%である、請求項1記載の繊維用精練剤組成物。

【請求項 3】

(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数11～14の炭化水素基(但しn-ドデシ

ル基を除く)である非イオン性界面活性剤の割合が0～30モル%である、請求項1又は2記載の精練剤組成物。

【請求項4】

(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8～10の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が20～80モル%、且つRが炭素数11～14の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が20～80モル%である、請求項1～3のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

【請求項5】

(A)成分中、一般式(1)中のRがn-ドデシル基である非イオン性界面活性剤の割合が30～70モル%であり、且つ一般式(1)中のRが炭素数11～14の炭化水素基(但しn-ドデシル基を除く)である非イオン性界面活性剤の割合が0～5モル%である、請求項1～4のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

10

【請求項6】

(A)成分が、一般式(1)中のmが1～3の数、nが5～15の数の非イオン界面活性剤である、請求項1～5のいずれかに記載の精練剤組成物。

【請求項7】

(A)成分中、一般式(1)中のRがn-オクチル基である非イオン性界面活性剤の割合が5～95モル%である、請求項1～6のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

【請求項8】

更に、(B)陰イオン性界面活性剤〔以下、(B)成分という〕を含有する請求項1～7のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

20

【請求項9】

(A)成分の含有量が10～80質量%であって、(B)成分の含有量が0.5～50質量%である、請求項8記載の繊維用精練剤組成物。

【請求項10】

(A)成分の含有量が15～70質量%であって、(B)成分の含有量が5～30質量%である、請求項8又は9記載の繊維用精練剤組成物。

【請求項11】

(A)成分と(B)成分の含有量の合計が、組成物中、55～100質量%である、請求項8～10のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

30

【請求項12】

水の含有量が45質量%以下である、請求項1～11のいずれかに記載の繊維用精練剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、木綿等の天然繊維及びポリエスエテル等の合成繊維およびこれらの混合繊維製品等の漂白、染色、仕上げ等の効果を改善するための各種夾雑物を除去する工程に用いられる繊維用の精練剤組成物に関する。

【背景技術】

40

【0002】

天然繊維、例えば植物繊維には樹脂、ロウ分等の、動物繊維には脂肪、コロイド物質等の、また、ポリエステル合繊維布地においては、紡糸段階で添加される多量のパラフィンワックスや、アクリル酸エステル系、ポリビニルアルコール系等のサイジング剤等が夾雑物として存在し、精練工程でそれらが完全に除去されないと乾燥工程での発煙や漂白、染色、仕上げムラにつながる。

【0003】

この、精練工程には、従来精練剤として、主として非イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、これらの混合物が用いられている。例えば、非イオン性界面活性剤系の精練剤としては、アルキルフェノールや高級アルコールのプロピレンオキサイド(以下POと

50

略)やエチレンオキサイド(以下EOと略)付加物が知られており、具体的には、特許文献1、2には、それぞれ特定の芳香族及び脂肪族アルコールのEO・PO・EOのトリブロック付加物が、特許文献3には特定のアルコールのPO・EO・POのトリブロック付加物が開示されている。これらはいずれも低泡性、高浸透性を目的としている。また、特許文献4には特定のアルコールをEO、POにてランダム付加した後、EOを付加した非イオン性界面活性剤と陰イオン性界面活性剤を特定の比率で併用した精練剤組成物が開示されており、高濃度あるいは低温での粘度が低いことが記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

10

【特許文献1】特公昭62-54840号

【特許文献2】特開昭47-9561号

【特許文献3】特許第2575236号

【特許文献4】特開平8-60532号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、特許文献1記載のアルキルフェノールのEOやPO付加物は、アルキルフェノール基を有するため原料の天然化の観点から好ましくなく、特許文献2や特許文献3に記載されている非イオン性界面活性剤は、低起泡性であるとされているが、高アルカリ条件下での精練性に劣る。また、特許文献4の精練剤組成物は陰イオン性界面活性剤を併用して高濃度化できるとされているが、高アルカリ条件下での精練性がなお不十分で更なる改良が望まれている。

20

【0006】

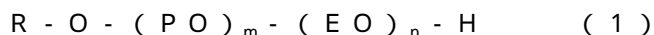
即ち、高アルカリ条件下においても優れた精練性、低起泡性を有し、且つ陰イオン性界面活性剤を併用した際に有効成分の濃縮化を可能とする精練剤組成物は未だ得られていない。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、(A)下記一般式(1)で示される非イオン性界面活性剤〔以下、(A)成分という〕を含有する繊維用精練剤組成物であって、(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8~14の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が80モル%以上である、繊維用精練剤組成物に関する。

30



〔式中、Rは炭素数6~24の炭化水素基を示し、POはプロピレンオキシ基、EOはエチレンオキシ基を示す。mはプロピレンオキシ基の平均付加モル数であり、0.5~5の数である。nはエチレンオキシ基の平均付加モル数であり、3~30の数である。なお、(PO)<sub>m</sub>、(EO)<sub>n</sub>はこの順にブロック結合している。〕

【発明の効果】

【0008】

40

本発明によれば、高アルカリ条件下においても優れた精練性、低起泡性を有し、且つ陰イオン性界面活性剤を併用した際に有効成分の濃縮化を可能とする精練剤組成物が提供される。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本発明の(A)成分は、上記一般式(1)で表されるポリオキシアルキレン型の非イオン性界面活性剤であり、本発明では(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8~14の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が80モル%以上である。一般式(1)中、Rは炭素数6~24、好ましくは炭素数8~18の炭化水素基を示す。該炭化水素基としては、直鎖又は分岐鎖のアルキル基、直鎖又は分岐鎖のアルケニル基

50

、アルキル基又はアルケニル基が置換していても良い芳香族炭化水素基等が挙げられるが、高アルカリ条件下での精練性の観点、並びに環境安全性の観点から、直鎖又は分岐鎖のアルキル基、及び直鎖又は分岐鎖のアルケニル基から選ばれる基が好ましく、直鎖アルキル基、及び直鎖アルケニル基から選ばれる基がより好ましく、特に直鎖アルキル基が好ましい。環境安全性の観点より、オクチルアルコール、デシルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール等の天然系高級アルコールに由来する基が好ましい。(A)成分は、Rの炭素数の異なる化合物を2種以上含有することが好ましい。

【0010】

本発明では、(A)成分中、一般式(1)中のRが炭素数8~14の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が80モル%以上であるが、精練性の観点から、好ましくは90モル%以上、より好ましくは95モル%以上である。

10

【0011】

また、本発明では、高アルカリ条件下での精練性の観点から、(A)成分中、一般式(1)においてRが炭素数8~10の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が5~95モル%、更に10~90モル%、より更に20~80モル%であり、且つRが炭素数11~14の第1級直鎖飽和炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が5~95モル%、更に10~90モル%、より更に20~80モル%であることが好ましい。

【0012】

また、本発明では、高アルカリ条件下での精練性および精練剤としての高濃度化の観点から、(A)成分中、一般式(1)におけるRがn-オクチル基である非イオン性界面活性剤の割合が5~95モル%、更に10~90モル%、更に25~75モル%、更に30~70モル%であることが好ましい。同様の観点から、一般式(1)中のRがn-ドデシル基である非イオン性界面活性剤の割合が5~95モル%、更に10~90モル%、更に25~75モル%、更に30~70モル%であることが好ましい。更に、本発明では、高アルカリ条件下での精練性および精練剤としての高濃度化の観点から、(A)成分が一般式(1)におけるRがn-オクチル基である非イオン性界面活性剤とRがn-ドデシル基である非イオン性界面活性剤の両方を含むことが好ましく、それらの合計の割合が(A)成分中10~100モル%、更に20~100モル%、更に50~100モル%、更に60~100モル%であることが好ましい。

20

30

【0013】

また、本発明では、高アルカリ条件下での精練性および精練剤としての高濃度化の観点から、(A)成分中、一般式(1)におけるRが炭素数9~10の炭化水素基である非イオン性界面活性剤の割合が0~30モル%、更に0~20モル%、更に0~10モル%、更に0~5モル%であることが好ましい。同様の観点から、一般式(1)中のRが炭素数11~14の炭化水素基(但しn-ドデシル基を除く)である非イオン性界面活性剤の割合が0~30モル%、更に0~20モル%、更に0~10モル%、更に0~5モル%であることが好ましい。

【0014】

(A)成分を構成するポリオキシアルキレン部は、一般式(1)中のR側より、平均付加モル数で0.5~5モルのPO、平均付加モル数で3~30モルのEOの順にブロック付加されている。POの平均付加モル数mが0.5以上であれば起泡性が適切となり、5以下であれば精練性が良好となる。また、EOの平均付加モル数nが3以上であれば精練性が良好で、25以下であれば起泡性が適切となる。mは、上記起泡性及び精練性の観点から好ましくは0.8~4、より好ましくは1~3である。nは、mと同様の観点から好ましくは4~20、より好ましくは5~15、更に好ましくは6~12である。又、R側より(PO)<sub>m</sub>、(EO)<sub>n</sub>のブロック構造とすることで、精練性、低起泡性に優れた精練剤組成物となり得、且つ陰イオン性界面活性剤を併用した際の有効成分の濃縮化が容易になる。(A)成分は、R-OH(Rは炭素数6~24の炭化水素基)で表されるアルコールの混合物であって、該混合物中、Rが炭素数8~14の直鎖飽和炭化水素基である1級

40

50

アルコールの割合が80モル%以上であるアルコール混合物に、所定量のプロピレンオキサイドとエチレンオキサイドを、この順で付加させた非イオン性界面活性剤であってもよい。

【0015】

一般式(1)の非イオン性界面活性剤は、例えば、次の製造方法により得ることができる。またこの他、次の製造方法により製造したものを混合する方法、次の製造方法に準じて、一般式(1)中のRが特定の炭化水素基である非イオン性界面活性剤を製造したのち、Rが異なる炭化水素基のものと混合する方法を適用して得ることもできる。

【0016】

加熱、冷却操作、減圧、加圧操作が可能で、原料仕込口、製品取り出し口、アルキレンオキサイド及び窒素の導入管、攪拌装置、温度計、圧力計を備えた反応器に、本発明の一般式(1)中のRに対応したアルコール、例えば脂肪族アルコールの所定量を仕込み、次いで、固形状の水酸化カリウムあるいは水酸化ナトリウム、もしくはそれらの水溶液等の塩基触媒、または公知の酸触媒を仕込んだ後、窒素置換し、常温から110の温度範囲で減圧脱水する。次いで、80~180で所定量のプロピレンオキサイドとエチレンオキサイドを順に導入し、付加させる。

【0017】

前記付加反応操作においては、所定量のプロピレンオキサイドとエチレンオキサイドを導入後、圧力が低下して一定になるまで反応を継続する操作(熟成操作)を行うことがより好ましい。更に、得られた反応粗製物に対して公知の酸、または塩基の適当量を添加して触媒を中和し、目的成分を得ることができる。なお、中和操作において、塩基吸着剤または酸吸着剤を使用して、触媒を除去することもできる。

【0018】

本発明の精練剤組成物は、(B)成分として、陰イオン性界面活性剤を含有することが好ましい。陰イオン性界面活性剤は、高アルカリ条件下での精練性向上に寄与する。(B)成分の具体例として、飽和又は不飽和脂肪酸、飽和又は不飽和アルコールの硫酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキルサルフェート、ポリオキシアルキレンアルキルモノ及びジホスフェート、並びにこれらの塩等が挙げられる。

【0019】

これらの中でも、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルのリン酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルの硫酸エステル、具体的にはポリオキシアルキレンアルキルサルフェート、ポリオキシアルキレンアルキルモノ及びジホスフェート、及びこれらのアルカリ金属、アルカリ土類金属等の無機塩、有機塩基の塩が好ましく、中でもアルカリ金属の水酸化物、有機塩基により部分又は完全中和された塩がより好ましい。

【0020】

(A)成分は、そのまま本発明の精練剤組成物として用いることができる。また、本発明の精練剤組成物は、(A)成分を10~100質量%、更に20~100質量%さらに30~100質量%含有する組成物であってもよい。

【0021】

本発明の精練剤組成物が(A)成分と(B)成分とを含有する場合、(A)成分の組成物中の含有量は10~80質量%、更に15~70質量%が好ましく、また、(B)成分の組成物中の含有量は0.5~50質量%、更に3~40質量%、より更に5~30質量%が好ましい。その場合、(A)成分と(B)成分の含有量の合計は、組成物中、25~100質量%、更に50~100質量%が好ましく、特に55~100質量%であることが好ましい。

【0022】

本発明の精練剤組成物は、水を含有していても良い。含有量は0~75質量%が好ましい。従来の精練剤は、水以外の有効成分の濃度が15~50質量%程度の水溶液として流通しているが、本発明では、より有効成分濃度を高くした場合でも低粘度であるため、操作性を損なわずにコンパクト化できる。よって水の含有量は、50質量%以下が好ましく

10

20

30

40

50

、45質量%以下が特に好ましい。

#### 【0023】

本発明の精練剤組成物は、低起泡性であるため、液流染色機、高温高压染色機など、泡の発生に注意する必要がある精練に対しても好適である。

#### 【0024】

また、本発明の精練剤組成物には、必要に応じて、ポリオキシエチレンアルキルエーテルなどの他の非イオン性界面活性剤、エチレンジアミンテトラ酢酸(EDTA)、ニトリロトリ酢酸(NTA)、ポリ(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸・マレイン酸共重合物などのキレート分散剤、ソーダ灰、苛性ソーダなどのアルカリビルダー及びポリオキシアルキレンエーテル系、シリコンオイル系、鉱物油系などの消泡剤、などの薬剤を混合又は併用することができる。

10

#### 【0025】

本発明の精練剤組成物は、有効分濃度、すなわち、(A)成分濃度又は(A)成分と(B)成分の合計濃度が0.1~10g/L、必要によりアルカリビルダーを0.2~5g/L、キレート剤を0.05~5g/Lとなるよう、布に含まれる汚れに合わせて、通常精練工程で用いられる水及び/又はその他の溶媒で希釈して用いられる。

#### 【0026】

本発明の精練剤組成物は、綿、麻、羊毛などの天然繊維、ポリエステル、ナイロン、レーヨン、トリアセートなどの化合繊維およびこれらの混紡交織繊維に適用出来る。精練方法は通常のバッチ処理、連続処理いずれでもよく、精練温度は繊維の種類にもよるが、通常室温~140℃、好ましくは50~130℃である。

20

#### 【実施例】

#### 【0027】

以下に実施例、比較例に用いた非イオン性界面活性剤の製造例及び比較製造例を示す(「非イオン性界面活性剤(14)」及び「ポリオキシエチレン(平均付加モル数2.0)ラウリルエーテル硫酸・Na塩」も便宜的にそれぞれ比較製造例6、製造例9として示した)。以下において、「Cp」は、炭素数pの直鎖1級飽和炭化水素基を意味し、「Cp-OH」は、炭素数pの直鎖飽和炭化水素基を有する1級アルコールを示す。

#### 【0028】

製造例1：非イオン性界面活性剤(1)の製造

30

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.2gの混合アルコール(C8-OH/C12-OH=50/50(モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110℃、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0029】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド308.4gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8g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、本発明の非イオン性界面活性剤(1)〔一般式(1)において、R：C8/C12=50/50(モル比)、m=2.5、n=7〕を得た。

40

#### 【0030】

製造例2：非イオン性界面活性剤(2)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.2gの混合アルコール(C8-OH/C12-OH=50/50(モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110℃、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行

50

った後、窒素置換を行った。

#### 【0031】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド660.8gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8g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、本発明の非イオン性界面活性剤(2)[一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 15$ ]を得た。

#### 【0032】

製造例3：非イオン性界面活性剤(3)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕32.6g、及び炭素数10の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール1098、花王(株)製〕39.6g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕46.6g、及び炭素数14の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール4098、花王(株)製〕53.6gの混合アルコール( $C_8 - OH / C_{10} - OH / C_{12} - OH / C_{14} - OH = 25 / 25 / 25 / 25$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110℃、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0033】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド440.5gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8g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、本発明の非イオン性界面活性剤(3)[一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{10} / C_{12} / C_{14} = 25 / 25 / 25 / 25$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 10$ ]を得た。

#### 【0034】

製造例4：非イオン性界面活性剤(4)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕58.6g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕83.8g、及び炭素数16の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール6098、花王(株)製〕12.1g、及び炭素数18の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール8098、花王(株)製〕13.5gの混合アルコール( $C_8 - OH / C_{12} - OH / C_{16} - OH / C_{18} - OH = 45 / 45 / 5 / 5$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110℃、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0035】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド308.4gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8g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、本発明の非イオン性界面活性剤(4)[一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} / C_{16} / C_{18} = 45 / 45 / 5 / 5$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

#### 【0036】

製造例5：非イオン性界面活性剤(5)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕97.7g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕23.3g、及び炭素数14の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール4098、花王

10

20

30

40

50

(株)製〕26.8 gの混合アルコール( $C_8-OH / C_{12}-OH / C_{14}-OH = 75 / 12.5 / 12.5$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa (絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0037】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド308.4 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8 g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、本発明の非イオン性界面活性剤(5) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} / C_{14} = 75 / 12.5 / 12.5$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

10

【0038】

製造例6：非イオン性界面活性剤(6)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1 g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.2 gの混合アルコール( $C_8-OH / C_{12}-OH = 50 / 50$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa (絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0039】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド203.3 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド308.4 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8 g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、本発明の非イオン性界面活性剤(6) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 3.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

20

【0040】

製造例7：非イオン性界面活性剤(7)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1 g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.2 gの混合アルコール( $C_8-OH / C_{12}-OH = 50 / 50$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa (絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

30

【0041】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド220.3 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8 g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、本発明の非イオン性界面活性剤(7) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 5$ ]を得た。

40

【0042】

製造例8：非イオン性界面活性剤(8)の製造

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中に、炭素数10の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール1098、花王(株)製〕158.3 g、と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa (絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0043】

窒素置換後、125℃まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150℃に昇温し、エチレンオキサイド308.4 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80℃まで冷却した後、乳酸1.8 g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、本発明の非イオン性界面活性剤(8) [一般式(1)において、 $R : C_{10} / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

50



8 g 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、本発明の非イオン性界面活性剤(8) [一般式(1)において、 $R : C_{10}$ 、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

#### 【0044】

比較製造例1：非イオン性界面活性剤(9)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕45.6 g、及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕65.2 g、及び炭素数16の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール6098、花王(株)製〕36.4 g、及び炭素数18の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール8098、花王(株)製〕40.6 gの混合アルコール( $C_8 - OH / C_{12} - OH / C_{16} - OH / C_{18} - OH = 35 / 35 / 15 / 15$ (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0045】

窒素置換後、125 まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150 に昇温し、エチレンオキサイド308.4 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80 まで冷却した後、乳酸1.8 g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、比較用の非イオン性界面活性剤(9) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} / C_{16} / C_{18} = 35 / 35 / 15 / 15$ (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

#### 【0046】

比較製造例2：非イオン性界面活性剤(10)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1 g及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.1 gの混合アルコール( $C_{16} - OH / C_{18} - OH = 50 / 50$ (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0047】

窒素置換後、125 まで昇温し、プロピレンオキサイド348.5 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150 に昇温し、エチレンオキサイド308.4 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80 まで冷却した後、乳酸1.8 g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、比較用の非イオン性界面活性剤(10) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$ (モル比)、 $m = 6$ 、 $n = 7$ ]を得た。

#### 【0048】

比較製造例3：非イオン性界面活性剤(11)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1 g及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.1 gの混合アルコール( $C_{16} - OH / C_{18} - OH = 50 / 50$ (モル比))と、水酸化カリウム1.1 gを仕込み、110、1.3 kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

#### 【0049】

窒素置換後、125 まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150 に昇温し、エチレンオキサイド1541.8 gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80 まで冷却した後、乳酸1.8 g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、比較用の非イオン性界面活性剤(11) [一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 /$

50 (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 35$ ]を得た。

【0050】

比較製造例4：非イオン性界面活性剤(12)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1g及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.1gの混合アルコール( $C_{16}-OH / C_{18}-OH = 50 / 50$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0051】

窒素置換後、125まで昇温し、プロピレンオキサイド17.4gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150に昇温し、エチレンオキサイド308.4gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80まで冷却した後、乳酸1.8g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、比較用の非イオン性界面活性剤(12)〔一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 0.3$ 、 $n = 7$ ]を得た。

【0052】

比較製造例5：非イオン性界面活性剤(13)の製造

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中に、炭素数8の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール0898、花王(株)製〕65.1g及び炭素数12の直鎖飽和1級アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕93.1gの混合アルコール( $C_{16}-OH / C_{18}-OH = 50 / 50$  (モル比))と、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0053】

窒素置換後、125まで昇温し、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150に昇温し、エチレンオキサイド88.1gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80まで冷却した後、乳酸1.8g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、比較用の非イオン性界面活性剤(13)〔一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{12} = 50 / 50$  (モル比)、 $m = 2.5$ 、 $n = 2$ ]を得た。

【0054】

比較製造例6：非イオン性界面活性剤(14)

(株)日本触媒製ソフタノール70(直鎖型第2級アルコールのエチレンオキサイド付加物)を用いた。

【0055】

比較製造例7：非イオン性界面活性剤(15)の製造

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中に、合成アルコール〔商品名：SAFOL23(SASOL社製)、炭素数12、13の分岐鎖アルキル基〔炭素数12/炭素数13 = 55/45 (モル比)、分岐率(分岐型アルコールの質量組成)50質量%〕を有する飽和アルコール〕194gと、水酸化カリウム1.1gを仕込み、110、1.3kPa(絶対圧)にて30分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

【0056】

窒素置換後、125まで昇温した後、プロピレンオキサイド145.2gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。次いで、150に昇温し、エチレンオキサイド308.4gを導入し、付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、80まで冷却した後、乳酸1.8g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、比較用の非イオン性界面活性剤(15)〔一般式(1)において、Rが分岐鎖アルキル基を含み(分岐率50質量%)、 $m = 2.5$ 、 $n = 7$ ]を得た。

【0057】

10

20

30

40

50

## 比較製造例 8：非イオン性界面活性剤（１６）の製造

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中に、炭素数 8 の直鎖飽和 1 級アルコール〔商品名：カルコール 0 8 9 8、花王（株）製〕6 5 . 1 g、及び炭素数 1 2 の直鎖飽和 1 級アルコール〔商品名：カルコール 2 0 9 8、花王（株）製〕9 3 . 2 g の混合アルコール（C 8 - O H / C 1 2 - O H = 5 0 / 5 0（モル比））と、水酸化カリウム 1 . 1 g を仕込み、1 1 0 、1 . 3 k P a（絶対圧）にて 3 0 分間脱水を行った後、窒素置換を行った。

## 【 0 0 5 8 】

窒素置換後、1 5 0 まで昇温し、プロピレンオキサイド 1 4 5 . 2 g とエチレンオキサイド 3 0 8 . 4 g を導入し、ランダム付加反応・熟成操作を行った。反応終了後、8 0

まで冷却した後、乳酸 1 . 8 g をオートクレーブ内に加え、8 0 で 3 0 分間攪拌した後、抜き出しを行い、比較用の非イオン性界面活性剤（１６）〔一般式（１）において、 $R : C 8 / C 1 2 = 5 0 / 5 0$ （モル比）、 $m = 2 . 5$ 、 $n = 7$ （但しランダム付加）〕を得た。

## 【 0 0 5 9 】

## &lt; 実施例 1 及び比較例 1 &gt;

下記に示す方法により、製造例及び比較製造例で得た非イオン性界面活性剤（１）～（１６）からなる精練剤組成物の性能を評価した。結果をまとめて表 1 に示す。なお、表では（Ａ）成分に該当しない非イオン性界面活性剤も便宜的に（Ａ）成分として示した。

## 【 0 0 6 0 】

〔精練性の評価（木綿に対する残脂率）〕

木綿生機（残脂率 1 . 0 5 質量％）を下記の条件で精練処理し、精練処理生地から、約 3 ~ 4 g の試験試料を切り出し、ジエチルエーテルを抽出溶剤とし用いて、ソックスレー抽出装置（東海計器製）にて抽出操作を行なった。4 時間の抽出操作の後、減圧下に抽出溶媒を留去し、残さ質量を測定して以下の計算式により残脂率を求めた。

$$\text{残脂率（％）} = (\text{抽出溶媒留去後の残さ質量} / \text{試験試料の質量}) \times 100$$

## \* 精練処理条件

精練剤組成物（非イオン性界面活性剤）濃度：1 . 0 g / L

苛性ソーダ濃度：1 . 0 g / L

精練時間：2 0 分

精練温度：1 1 0

浴比：1 / 2 0

処理水：3 ° D H

## 【 0 0 6 1 】

〔精練性の評価（吸い上げの高さ）〕

木綿生機を上記の条件で精練処理し、処理後の布から幅 3 c m、長さ 1 5 c m のサンプル布を切り取り、染料を溶解した水溶液を満たしたバット上にサンプル布の一端が浸るように、たるみがない状態で鉛直に吊るし、1 5 分後の染料水溶液の吸い上げ高さ（m m）を測定することで調べた。吸い上げ高さが高いほど、湿潤性に優れ、精練剤の精練性が優れることを示す。

## 【 0 0 6 2 】

〔精練性の評価（滴下法）〕

精練処理生地から、5 c m × 5 c m の試験試料を切り出し、水平に置き、試料生地の上約 1 c m から、吸い上げの高さの評価で使った染料水溶液をスポイトで 0 . 1 m L 落下させる。自然乾燥後、染料水溶液の拡がり形で、吸水性を判定する。評価基準は次の通りである。

：染料が大きい円状に拡がり、染色された範囲に直径 1 c m の円が納まる。

：染料の拡がり方が不十分、あるいは染料の拡がり方が歪であり、染色された範囲に直径 7 m m の円は納まるが、1 c m の円は納まらない。

×：染色された範囲に直径 7 m m の円が納まらない。

## 【 0 0 6 3 】

〔 起 泡 性 の 評 価 〕

1 L のメスシリンダーに試験液（非イオン性界面活性剤濃度； $2.00 \times 10^{-3}$ モル/L、残部は水）を200 mL 入れ、ボールフィルタを付けたエアポンプによりメスシリンダーの底部より1.5 L / 分のエアーを曝気し、2 分後の泡立ちの高さ（mm）を測定した。

## 【 0 0 6 4 】

【表 1】

(A)成分	非イオン性界面活性剤No.	実施例										比較例							
		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8		
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16		
一般式(1)中の Rの組成 (モル%)	C8	50	50	25	45	75	50	50	—	35	50	50	50	50	—	—	50		
	C10	—	—	25	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—		
	C12	50	50	25	45	12.5	50	50	—	35	50	50	50	50	—	27.5	50		
	C13	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	22.5	—		
	C14	—	—	25	—	12.5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	C16	—	—	—	5	—	—	—	—	15	—	—	—	—	—	—	—		
	C18	—	—	—	5	—	—	—	—	15	—	—	—	—	—	—	—		
C8～C14の割合(モル%)	その他	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	50*	—		
	100	100	100	100	90	100	100	100	100	70	100	100	100	100	100	50	100		
	PO平均付加モル数(m)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	3.5	2.5	2.5	2.5	6	2.5	0.3	2.5	—	2.5	2.5		
	EO平均付加モル数(n)	7	15	10	7	7	7	5	7	7	7	35	7	2	7	7	7		
	PO・EO付加形態	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック	ブロック		
精練性	吸い上げ高さ(mm)	112	113	105	100	101	102	104	99	1	5	32	108	20	105	80	82		
	滴下法	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	○	×	○	×	×		
	残脂率(%)	0.079	0.076	0.091	0.121	0.112	0.113	0.116	0.123	0.987	0.964	0.861	0.088	0.902	0.099	0.132	0.140		
起泡性 (mm)	2分後	55	130	75	88	103	78	59	65	220	345	312	450	85	370	100	103		
	送気終了2分後	10	45	17	34	46	21	12	20	185	165	230	406	46	206	36	55		

\*炭素数12の分岐アルキル鎖;27.5モル%+炭素数13の分岐アルキル鎖22.5モル%

【0065】

製造例 9 ; ポリオキシエチレン ( 平均付加モル数 2 . 0 ) ラウリルエーテル硫酸・Na 塩  
花王 ( 株 ) 社製 エマール 270 J を用いた。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 6 6 】

製造例 10 ; ポリオキシエチレン ( 平均付加モル数 3 . 0 ) イソデシルセスキホスフェート・Na 塩の製造

2 0 0 0 m L の反応容器に、協和発酵ケミカル ( 株 ) 製デカノール ( 化学名 : イソデカノール ) 1 モルにエチレンオキサイド 3 モル付加して得られた有機ヒドロキシ化合物 ( 平均分子量 = 1 5 8 . 3 ) 6 3 3 . 2 g ( 4 . 0 0 モル ) 及び 8 5 % のオルトリン酸 9 3 . 7 g (  $P_2O_5 \cdot nH_2O$  として表すと  $P_2O_5$  ; 0 . 4 1 モル、 $H_2O$  ; 2 . 0 0 モル ) を入れ、攪拌・混合し、温度を 5 0 ~ 7 0 に保ちながら五酸化リン ( 有効分 9 8 . 5 % ) 2 2 9 . 6 g ( 1 . 5 9 モル ) を徐々に添加した後、8 0 に昇温し 1 2 時間反応を行った。その後、この反応生成物を強制薄膜による水蒸気蒸留装置 ( 伝熱面積 ; 0 . 0 3 m<sup>3</sup>、ガラス製 ) を用いる脱臭処理に供した。水蒸気蒸留は、ジャケットの温度 1 5 0 、 2 . 7 k P a ( 絶対圧 ) で、反応生成物とスチームを、それぞれ 1 0 0 g / h r 、 7 5 g / h r の速度で連続的に供給して行い、残さとして有機ヒドロキシ化合物含量 0 . 8 % 及び水分 0 . 3 % を含むリン酸エステルを得た。その後このリン酸エステルを所定量の水酸化ナトリウム水溶液に添加・攪拌しながら中和を行い、ポリオキシエチレン ( 平均付加モル数 3 . 0 ) イソデシルセスキホスフェート・Na 塩を得た。

10

## 【 0 0 6 7 】

< 実施例 2 及び比較例 2 >

表 2 の処方に従い各種精練剤組成物を調製し、下記の方法に従って各組成物の流動性の評価を行った。なお、表では ( A ) 成分に該当しない非イオン性界面活性剤も便宜的に ( A ) 成分として示した。

20

## 【 0 0 6 8 】

〔流動性評価〕

内径 2 4 . 3 m m 、高さ 4 6 . 5 m m のサンプル管 ( マルエム社製サンプルバイアル N o . 3 ) 中に、組成物 3 m L を入れ、3 で 3 0 分間静置した。その後、組成物の入ったサンプル管を倒置して、気泡の上昇にかかる時間 ( 秒 ) を測定した。評価基準は次の通りである。

: 1 秒未満

: 1 秒以上 2 0 秒未満

× : 2 0 秒以上

30

## 【 0 0 6 9 】

【表 2】

		実施例										比較例				
		2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	2-9	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	
精練剤組成物	(A)成分	非イオン性界面活性剤(1)	50								50					
		非イオン性界面活性剤(2)		50												
		非イオン性界面活性剤(3)			50											
		非イオン性界面活性剤(4)				50										
		非イオン性界面活性剤(5)					50									
		非イオン性界面活性剤(6)						50								
		非イオン性界面活性剤(7)							50							
		非イオン性界面活性剤(8)								50						
	(B)成分	非イオン性界面活性剤(10)									50					50
		非イオン性界面活性剤(11)										50				
		非イオン性界面活性剤(12)											50			
		非イオン性界面活性剤(13)												50		
		ポリオキシエチレン(平均付加モル数2.0) ラウリルエーテル硫酸・Na塩	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>		10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	10 <sup>1)</sup>	
	ポリオキシエチレン(平均付加モル数3.0) イソデシルセスキホスフェート・Na塩									10 <sup>1)</sup>					10 <sup>1)</sup>	
	水	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	
流動性評価		○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	

1)有効分に換算した組成(質量%)

10

20

30

40

---

フロントページの続き

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

審査官 宮澤 尚之

- (56)参考文献 特開昭50-104207(JP,A)  
特開昭54-050675(JP,A)  
特開2001-003263(JP,A)  
特開平10-324892(JP,A)  
特開平10-152696(JP,A)  
特開平10-130690(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D06L	1/00 - 3/16
C11D	1/00 - 19/00