

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 750 034 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
21.03.2001 Patentblatt 2001/12

(51) Int Cl.7: **C11D 1/66**, C11D 3/20,
C11D 1/83

(21) Anmeldenummer: **96109168.3**

(22) Anmeldetag: **07.06.1996**

(54) **Lagerstabile, konzentrierte Tensidzusammensetzung auf der Basis von Alkylglucosiden**

Storage stable, concentrated surfactant composition based on alkylglycosides

Composition tensioactive concentrée stable au stockage à base d'alkylglycosides

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT NL SE

(30) Priorität: **20.06.1995 DE 19522233**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.12.1996 Patentblatt 1996/52

(73) Patentinhaber: **Goldschmidt AG**
45127 Essen (DE)

(72) Erfinder:

- **Grüning, Burghard, Dr.**
45134 Essen (DE)
- **Weitemeyer, Christian, Dr.**
45134 Essen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 444 267

WO-A-86/06404

WO-A-94/05751

EP-A- 0 510 870

WO-A-93/20179

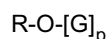
EP 0 750 034 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine lagerstabile, konzentrierte Tensidzusammensetzung auf der Basis von Alkylglucosiden mit einem Zusatz von Fettsäuren als stabilisierendes Mittel.

[0002] Alkylglucoside sind bekannte Stoffe. Sie entsprechen der allgemeinen Formel



in der R von einem Fettalkoholrest abgeleitet ist und G für den Glucoserest steht. An einem Fettalkoholrest können ein oder mehrere Glucosereste gebunden sein, wodurch sich ein mittlerer Oligomerisierungsgrad p über die Glucoseeinheiten ergibt. In der Literatur werden daher auch die Bezeichnungen Alkylpolyglucosid und Alkyloligoglucosid für diese Produktgruppe gebraucht.

[0003] Alkylglucoside sind wichtige nichtionische Tenside, die infolge ihrer guten Detergenseigenschaften und hohen Umweltverträglichkeit in immer stärkerem Maße Eingang in Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel gefunden haben.

[0004] Für diesen Zweck ist es erforderlich, Alkylglucoside über bestimmte Zeiträume beispielsweise als wäßrige Lösungen oder Pasten zur Verfügung zu halten und zu lagern, bis eine Endverarbeitung stattfindet. Da wäßrige Alkylglucoside jedoch eine starke Neigung zur Kristallisation zeigen, bilden sich bei Lagerung unter Umgebungsbedingungen im Laufe der Zeit kristallwasserhaltige Agglomerate, die die Pumpfähigkeit der Produkte stark herabsetzen.

[0005] Diese Probleme treten insbesondere bei Alkylglucosiden auf, bei denen der Alkylrest 12 oder mehr C-Atome aufweist bzw. bei handelsüblichen Alkylglucosid-Gemischen, bei denen der höherkettige Anteil entsprechend hoch liegt und zu mehr als 50 % Alkylreste mit 12 und mehr C-Atomen aufweist.

[0006] Üblicherweise erfolgt die Lagerung von Alkylglucosiden daher nicht bei Raumtemperatur, sondern bei Temperaturen von mindestens 35 °C. Auf diese Weise kann zwar eine Kristallisation der Zubereitungen weitgehend verhindert werden, die Lagerung bei erhöhter Temperatur ist jedoch mit zusätzlichem Aufwand verbunden und kann zudem die Farbqualität der Produkte stark beeinträchtigen.

[0007] In der WO-A-93/20179 werden Detergensmischungen aus kurzkettigen Alkylpolyglucosiden, Fettalkoholalkoxylaten mit einem HLB-Wert größer 10, einer C₈-C₂₂-Fettsäure und Wasser sowie gegebenenfalls in Allzweckreinigern üblichen Hilfsstoffen beschrieben. Die Mischungen sollen ein geringes Schäumungsvermögen aufweisen und finden als Reinigungsmittel für harte Oberflächen Verwendung.

[0008] Auch die EP-A-0 510 870 beschreibt Reinigungsmittel für harte Oberflächen, die neben Alkylglucosiden u. a. auch Fettsäuren enthalten.

[0009] In beiden Dokumenten handelt es sich jedoch nicht um Konzentrate von Alkylglycosiden, bei denen der höherkettige Alkylanteil hoch ist und mehr als 50 % der Alkylreste 12 und mehr Kohlenstoffatome aufweisen, so daß die oben angesprochenen Probleme hier keine Rolle spielen.

[0010] Gemäß DE-A-42 25 224 wird zur Verbesserung der Kristallisationsbeständigkeit der Zusatz einer Reihe von "Kristallisationsmoderatoren" vorgeschlagen, wie beispielsweise Alkyloligoglycoside auf Basis kurzkettiger Alkohole, Polyethylenglykol oder Eisen(III)-Ionen, die aber den Nachteil aufweisen, daß sie die Tensideigenschaften bzw. die Farbe beeinträchtigen.

[0011] Die Aufgabe der Erfindung bestand somit darin, eine konzentrierte Tensidzusammensetzung auf der Basis von Alkylglucosiden zu finden, bei der eine Lagerung der Glucoside bei Temperaturen unterhalb von 35 °C möglich ist, ohne daß die Pumpfähigkeit der Produkte durch Bildung von kristallinen Agglomeraten beeinträchtigt wird.

[0012] Gegenstand der Erfindung ist somit eine lagerstabile, konzentrierte, wäßrige Tensidzusammensetzung, enthaltend

a) 40 bis 75 Gew.-% Alkylglucoside der Formel



wobei

R¹ einen Alkylrest mit 6 bis 22 C-Atomen, insbesondere 12 bis 18 C-Atomen, wobei mindestens 50 % der Reste R¹ 12 oder mehr C-Atome aufweisen, bedeutet,

G der Glucosid-Rest und
p eine Zahl von 1 bis 3 ist,

b) 1 bis 15 Gew.-% Fettsäure,

c) 0 bis 5 Gew.-% Elektrolyt aus Alkali- oder Erdalkalihalogeniden sowie

d) 5 bis 59 Gew.-% Wasser.

[0013] Eine bevorzugte Alkylrest-Verteilung im Alkylglucosid ist

C ₈	< 3 %
C ₁₀	< 3 %
C ₁₂	50 bis 100 %
C ₁₄	10 bis 40 %
C ₁₆	0 bis 15 %
C ₁₈	0 bis 10 %

[0014] Es wurde nun überraschend gefunden, daß in den erfindungsgemäßen konzentrierten Tensidzusam-

mensetzungen die Kristallisationsneigung der länger-kettigen Alkylglucoside so weit herabgesetzt wird, daß konzentrierte, wäßrige Zusammensetzungen hergestellt werden können, die auch bei Temperaturen unter 35 °C keine Kristallisationsneigung zeigen und über Monate lager- und farbstabil sind. Diese Mischungen sind somit auch bei üblichen Umgebungstemperaturen im Bereich von 10 bis 25 °C stabil und lagerfähig.

[0015] Wie bereits anfangs ausgeführt, stellen Alkylglycoside bekannte Stoffe dar, die aus Fettalkoholen und reduzierenden Zuckern erhalten werden können (siehe z. B. EP-A1-0 301 298 und WO 90/3977).

[0016] Die Alkylglycoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose, ableiten. Technische Bedeutung haben dabei nur die Alkylglucoside erlangt.

[0017] Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (I) gibt den Oligomerisierungsgrad, d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglucosiden, an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 3. Während p in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muß, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkylglucosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alkylglucoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alkylglucoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,6 liegt.

[0018] Der Alkylrest R¹ kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typischerweise liegen sie als technische Gemische vor.

[0019] Geeignete Fettsäuren sind natürliche oder synthetische Fettsäuren mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen, wobei natürliche Fettsäurezusammensetzungen, wie zum Beispiel Kokosfettsäure oder Palmkernfettsäure, bevorzugt sind.

[0020] Bevorzugt ist dabei ein höherer Anteil mit der mittleren Kettenlänge von 12 bis 14 Kohlenstoffatomen. Bevorzugt werden die Fettsäuren in Mengen von 2,5 bis 10 Gew.-%, insbesondere 5 bis 7,5 Gew.-% eingesetzt.

[0021] Gegebenfalls werden dem Gemisch als Elektrolyt Alkali- oder Erdalkalihalogenide zugegeben, wobei üblicherweise Natriumchlorid verwendet wird.

[0022] In der Regel wird der Elektrolyt in fester Form oder auch aus konzentrierter wäßriger Lösung zugegeben. Dies kann zu jedem Zeitpunkt der Herstellung der Mischung geschehen, gegebenenfalls bevorzugt vor einer abschließenden Einstellung des pH-Wertes der Zubereitung.

[0023] Wenn notwendig, wird der pH-Wert der Zubereitung durch Zugabe einer Mineralsäure oder einer organischen Säure abschließend auf einen pH-Wert von ≤ 8, vorzugsweise ≤ 6 eingestellt.

[0024] Bevorzugte Säuren sind Phosphorsäure, Salzsäure, Schwefelsäure, Weinsäure, Citronensäure und Milchsäure.

[0025] Die erfindungsgemäßen Gemische können durch einfaches Mischen von handelsüblichen Alkylglucosidlösungen und Fettsäuren hergestellt werden. Das Mischen kann bei Raumtemperatur oder, um eine geringere Viskosität zu erzielen, bei schwach erhöhter Temperatur von 30 bis 80 °C stattfinden. Die Mischungen können natürlich auch aus festen Ausgangsstoffen durch Lösen in Wasser hergestellt werden.

[0026] Die erfindungsgemäßen Zubereitungen sind im allgemeinen beständig gegenüber mikrobiellem Befall. Dies gilt insbesondere bei pH-Werten von < 6. Sie können in ihrer mikrobiologischen Stabilität durch Zugabe von Alkali- oder Erdalkalihalogenen weiter verbessert werden.

[0027] Die erfindungsgemäßen tensidischen Zusammensetzungen sind lagerstabil und zeigen keine Kristallisationstendenzen. Sie weisen eine ausgezeichnete tensidische Wirkung auf und besitzen hervorragende schmutzlösende und dabei hautfreundliche Eigenschaften. Sie eignen sich zur Herstellung von Wasch-, Spül- und Reinigungsmitteln sowie Produkten der Haar- und Körperpflege, in denen sie üblicherweise in Mengen von 3 bis 30 % (bezogen auf die wäßrige Zubereitung) eingesetzt werden.

[0028] Je nach Einsatzzweck können übliche Inhaltsstoffe, wie Cotentide, Builder, Farbstoffe, Viskositätsregler und Duftstoffe zugesetzt werden.

Beispiele

Vergleichsbeispiel

(nicht erfindungsgemäß)

[0029] Ein trockenes Alkylglucosid, das etwa 4 Gew.-% Wasser enthält, wird in Wasser gelöst, so daß eine Lösung mit 50 Gew.-% Festkörper entsteht. Der pH-Wert der Lösung beträgt 7.

[0030] Das Alkylglucosid ist wie folgt gekennzeichnet (Gew.-%):

Zusammensetzung der Alkylreste	C ₈ 10 %
	C ₁₀ 10 %
	C ₁₂ 58 %
	C ₁₄ 14 %
	C ₁₆ 6 %
	C ₁₈ 2 %
Oligomerisierungsgrad	n = 1,26

[0031] Die Lösung wird geteilt und in verschlossenen Gefäßen bei Temperaturen von 20 und 40 °C gelagert. Die bei 20 °C gelagerte Probe ist nach 14 Tagen weiß und fest, während die bei 40 °C gelagerte Probe auch nach 6monatiger Lagerung noch flüssig ist. Sie hat sich während der Lagerung allerdings deutlich dunkler gefärbt.

Beispiel 1

(erfindungsgemäß)

[0032] Aus dem trockenen Alkylglucosid, das im oben dargestellten Vergleichsbeispiel beschrieben ist, Kokosfettsäure, Wasser und wenig wäßriger, konzentrierter Natronlauge wird eine Lösung bereitete, die sich wie folgt zusammensetzt (Gew.-%):

Alkylglucosid:	60 %
Wasser:	35 %
gehärtete Kokosfettsäure:	5 %
Natronlauge bis pH 7	

[0033] Die Lösung wird geteilt und in verschlossenen Gefäßen bei Temperaturen von 20 und 40 °C für 6 Monate gelagert. Die Proben sind nach dieser Lagerzeit homogen und fließfähig; in keiner der Proben sind Kristallbildung oder Niederschlagsbildung zu erkennen.

Beispiel 2

(erfindungsgemäß)

[0034] Ähnlich wie in Beispiel 1 wird aus einem trockenen Alkylglucosid, das etwa 3 Gew.-% Wasser enthält, Laurinsäure, Wasser, wäßriger, konzentrierter Salzsäure und Natriumchlorid eine Lösung hergestellt, die sich wie folgt zusammensetzt (Gew.-%):

Alkylglucosid:	41,8 %
Wasser:	49,0 %
Laurinsäure:	7,2 %
Natriumchlorid:	2,0 %
Salzsäure bis pH 5	

[0035] Das Alkylglucosid ist wie folgt gekennzeichnet (Gew.-%):

Zusammensetzung der Alkylreste	C ₈	1 %
	C ₁₀	1 %
	C ₁₂	68 %
	C ₁₄	25 %
	C ₁₆	5 %
Oligomerisierungsgrad	n = 1,52	

[0036] Nach Lagerung dieser Lösung unter gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 sind auch diese Lösungen homogen und fließfähig. In keiner der Proben sind Kristallbildung oder Niederschlagsbildung zu erkennen.

[0037] Die Lösung wird darüber hinaus einem mikrobiologischen Belastungstest nach DAB 10 (Deutsches Arzneibuch) unterzogen. In diesem Test erweist sich die

Zubereitung als mikrobiologisch stabil.

Patentansprüche

1. Lagerstabile, konzentrierte, wäßrige Tensidzusammensetzung, enthaltend

a) 40 bis 75 Gew.-% Alkylglucoside der Formel



wobei

R¹ einen Alkylrest mit 6 bis 22 C-Atomen, insbesondere 12 bis 18 C-Atomen, bedeutet, wobei mindestens 50 % der Reste R¹ 12 oder mehr C-Atome aufweisen, und

G der Glucosid-Rest und
p eine Zahl von 1 bis 3 ist,

b) 1 bis 15 Gew.-% Fettsäure,

c) 0 bis 5 Gew.-% Elektrolyt aus Alkali- oder Erdalkalihalogenen sowie

d) 5 bis 59 Gew.-% Wasser.

Claims

1. Storage-stable, concentrated, aqueous surfactant composition comprising

a) 40 to 75% by weight of alkyl glucosides of the formula



wherein

R¹ is an alkyl radical having 6 to 22 C atoms, in particular 12 to 18 C atoms, at least 50% of the radicals R¹ having 12 or more C atoms, and

G is the glucoside radical and
p is a number from 1 to 3,

b) 1 to 15% by weight of a fatty acid,

c) 0 to 5% by weight of an electrolyte of alkali metal or alkaline earth metal halides and

d) 5 to 59% by weight of water.

Revendications

1. Composition tensioactive stable à l'entreposage, concentrée, aqueuse, contenant

5

- a) 40 à 75% en poids d'alkylglycosides de formule



où

- R¹ signifie un radical alkyle comprenant 6 à 22 atomes de carbone, en particulier 12 à 18 atomes de carbone, au moins 50% des radicaux R¹ présentant 12 atomes de carbone ou plus, et 15

G est le radical glycoside et

p est un nombre de 1 à 3, 20

- b) 1 à 15% en poids d'acide gras,

c) 0 à 5% en poids d'électrolyte à partir d'halogénures alcalins ou alcalino-terreux ainsi que 25

- d) 5 à 59% en poids d'eau.

30

35

40

45

50

55