

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成19年7月12日(2007.7.12)

【公開番号】特開2001-335545(P2001-335545A)

【公開日】平成13年12月4日(2001.12.4)

【出願番号】特願2001-80628(P2001-80628)

【国際特許分類】

C 0 7 C 217/08 (2006.01)

A 6 1 K 8/00 (2006.01)

A 6 1 Q 5/02 (2006.01)

C 0 7 C 213/06 (2006.01)

C 0 7 C 217/50 (2006.01)

C 0 7 C 219/04 (2006.01)

D 0 6 M 13/17 (2006.01)

D 0 6 M 13/224 (2006.01)

D 0 6 M 13/328 (2006.01)

C 1 1 D 1/46 (2006.01)

C 1 1 D 1/62 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 217/08

A 6 1 K 7/075

C 0 7 C 213/06

C 0 7 C 217/50

C 0 7 C 219/04

D 0 6 M 13/17

D 0 6 M 13/224

D 0 6 M 13/328

C 1 1 D 1/46

C 1 1 D 1/62

【手続補正書】

【提出日】平成19年5月30日(2007.5.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項13

【補正方法】変更

【補正の内容】

【請求項13】 前記エステル化反応が、120__と220__の間の温度に於いて2から10時間の期間、任意に5から200ミリバールの減圧下で、且つエステル化触媒の存在下で、ジカルボン酸及び任意の脂肪酸と、アルカノールアミンと脂肪族アルコールの混合物及び任意のポリオールとの縮合によって行われることを特徴とする、請求項1から12のいずれか1項に記載のアルカノールアミンエステル。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

ジカルボン酸の例としては、全ての例を示すものではないが、コハク酸、リンゴ酸、グ

ルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、ピメリン酸、スベリン酸、マレイン酸及びテレフタル酸、さらには又、Unichema InternationalよりPRIPOL(登録商標)、例えばPRIPOL(登録商標) 1009、の名称で市場で取り引きされている、不飽和脂肪酸の熱オリゴマー化によって生成される、脂肪酸の二量体、即ちダイマー脂肪酸として知られるもの、あるいは前述の酸の混合物が挙げられる。アジピン酸が好ましい。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0030】

本エステル化反応は、ジカルボン酸及び任意の脂肪酸と、アルカノールアミンと脂肪族アルコールとの混合物及び任意のポリオールとの縮合によって、120__と220__の間の温度、2～10時間の期間、好ましくは約5から200ミリバールの減圧下で、且つ例えば、次亜リン酸及びパラトルエンスルホン酸などの、従来の四級化エステルのエステル化用として既知の幾つかの触媒の存在下で、また、トコフェロール、BHT、BHA、クエン酸等の通常の幾つかの安定化剤及び抗酸化剤の存在下で、好ましくは行われる。また、本エステル化反応は、まず第1に、ジカルボン酸とトリエタノールアミンとを縮合し、次いで脂肪族アルコールを添加して行うこともできる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

これらの中でも、例えば、米国特許第4719382号及び第4237016号に開示の疎水鎖がエステル基で分断されない第四級アンモニウム化合物が挙げられ、それらの中でも、QUARTAMIN(登録商標) D86Pの商標で、KAO Corporation, S.A.から販売され、DTDMACとしてもまた知られる硬化牛脂ジアルキルジメチルアンモニウムクロライドは、最も良く知られている。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0042】

本4級化エステルは、他の多くのものの中でも、参照を行うことによって本明細書中に取り込まれた、本明細書中で既に引用された文献中に見出されるものが好ましく、そしてそれらの中で重要な例は次の通りである

- ・ 米国特許第4137180号及び欧州特許出願EP-A-0585040号に記載の、四級化された、脂肪酸の1,2-ジヒドロキシ-3-ジメチルアミノプロパンとのジエステル
- ・ 仏国特許出願FR-A-1593921号及び欧州特許出願EP-B-0239910号などに記載の、四級化された、脂肪酸のN-メチルジエタノールアミンとのジエステル、例えば、KAOSOFT(登録商標) PHの標章のもとKAO Corporation, S.A.から販売されている塩化メチルで四級化された硬化牛脂ジエステル
- ・ N-メチル-N-アミノプロピルエタノールアミンによる脂肪酸アミドエステルの塩、例えば、KAOSOFT(登録商標) 1の標章のもとKAO Corporationから販売されているもの
- ・ 米国特許第3915867号及びその後の多数の特許などに記載の、四級化された、脂肪酸のトリエタノールアミンとのジエステル、例えば、硫酸ジメチルで四級化された部分的に硬化された牛脂などであり、TETRANYL(登録商標) AT-7590及びTETRANYL(登録商標) L

1/90の標章のもとKAO Corporation, S.A.から販売されている。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0044

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0044】

また、カチオン界面活性剤の柔軟化特性を考慮すると、特許出願W0-A-9849132号に記載のオリゴマー状カチオン界面活性剤、例えば、TETRANYL(登録商標) PH-2及びTETRANYL(登録商標) PH-5の表示のもとKAO Corporation, S.A.から販売されているものもまた含まれる。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

成分(c)を構成する繊維コンディショニング非イオン界面活性剤もまた、当業者には良く知られており、それらの中で挙げられるものは：脂肪酸、アルコキシ化された又はアルコキシ化されていない脂肪酸エステル、特に直鎖又は分岐鎖の $C_8 - C_{18}$ の脂肪酸エステル、アルコキシ化された又はアルコキシ化されていないゲルベアルコール、グリセリンエステル、アルコキシ化された又はアルコキシ化されていないソルビタンエステル、例えば、KAO Corporation, S.A.により市販されているKAOPAN(登録商標)、スクロースエステル、 C_{8-18} の脂肪族アルコール、任意にアルコキシ化されるグリセリンエステル、例えば、KAO Corporation, S.A.により市販されているLEVENOL(登録商標)、及びアルコキシ化された又はアルコキシ化されていないペンタエリトリールエステルである。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

実施例1～15 アルカノールアミンエステルの調製

表1の生成物を、表1に表示した試薬及び量を使用し、以下の一般的なエステル化方法に従って調製した。

アルカノールアミン及び脂肪族アルコール、並びに適当な箇所でポリオールを、攪拌器、温度計及び不活性ガス用導入口を備えた反応フラスコ内で混合した。続いてエステル化触媒、全量に対して1000ppmの含有量となる量の50重量%次亜リン酸、又は、代わりに全量に対して500ppmの含有量となる量のパラトルエンスルホン酸を加えた。混合物を不活性雰囲気中で100__まで加熱し、ジカルボン酸及び、適当な箇所で脂肪酸を加え、170__まで温度を上昇させ、混合物の酸度インデックスが5 mgKOH / gを下回るまでエステル化水を留出ながら、その温度を維持した。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

【表 1】

エステル化反応に使用される試薬

実施例	アミン	ジカルボン酸	脂肪族アルコール 又はその原料	脂肪酸又は その原料	ポリオール
1	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.5モル)	硬化牛脂 (0.6モル)	—	—
2	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.7モル)	硬化牛脂 (1.2モル)	—	—
3	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.8モル)	硬化牛脂 (0.2モル)	牛脂 (0.6モル)	—
4	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.5モル)	硬化牛脂 (0.2モル)	牛脂 (0.5モル)	—
5	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.5モル)	硬化牛脂 (0.2モル)	ココナツ油 (0.5モル)	—
6	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.7モル)	硬化牛脂 (0.1モル)	オレイン酸 (0.9モル)	—
7	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.6モル)	パーム油 (0.8モル)	—	—
8	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.7モル)	硬化牛脂 (0.4モル)	—	—
9	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.8モル)	硬化牛脂 (0.3モル)	2-エチルヘキサン酸 (0.8モル)	—
10	TEA (1モル)	PRIPOL 1009 (0.3モル)	オレイル (0.2モル)	ココナツ油 (0.8モル)	—
11	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.5モル)	硬化牛脂 (0.1モル)	牛脂 (0.6モル)	グリセリン (0.5モル)
12	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.6モル)	硬化牛脂 (0.2モル)	牛脂 (0.8モル)	ソルビトール (0.25モル)
13	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.4モル)	硬化牛脂 (0.5モル)	牛脂 (0.6モル)	—
14	TEA (1モル)	アジピン酸 (0.6モル)	エトキシ化(5EO) 硬化牛脂 (0.2モル)	牛脂 (0.8モル)	—
15	実施例4で得られた生成物を3モルのEOでエトキシ化したもの				

TEA:トリエタノールアミン; MDEA:メチルジエタノールアミン

PRIPOL 1009; Unichema Internationalより市販の脂肪酸ダイマー

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

実施例16 界面活性剤付加塩の調製

実施例6のエステル化生成物を、全量に対して15%の含有量を与えるのに十分な量のイソプロピルアルコール、全量に対して500ppmの含有量を与えるのに必要な量のBHTと共に、攪拌器、温度計及び滴下ロートを備えた反応フラスコに充填した。混合物を50__まで加熱して、全生成物を塩化させる理論量の30%塩酸溶液を1時間かけて加え、50__~55__の温度でさらに1~2時間攪拌を続けた。

【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 5 6】

塩化メチルによる四級化

エステル化工程で得られた生成物を、粗四級化生成物に対して約 8 重量 % と 12 重量 % の間で存在するのに十分な量のイソプロピルアルコール、任意に、全量に対して 500ppm の含有量となるのに必要な量の BHT と共に、加圧下で操作でき、攪拌器、滴下ロート及び温度計を備えた反応フラスコに充填した。混合物を 85__ ~ 90__ まで加熱し、圧力を 2 と 3 kg / cm² の間に保ちながら、理論量より若干多い量の塩化メチルを加えた。塩化メチルの添加完了後、反応混合物の攪拌を 80__ ~ 85__ で 1 ~ 2 時間続けた。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 5 7】

硫酸ジメチルによる四級化

エステル化工程で得られた生成物を、最終生成物に対して約 8 重量 % と 12 重量 % の間で存在するのに十分な量のイソプロピルアルコール及び / 又はエチルアルコール、任意に、全量に対して 500ppm の含有量となるのに必要な量の BHT と共に、攪拌器、滴下ロート及び温度計を備えた 1 リットル反応フラスコに充填した。混合物を 50__ まで加熱し、理論量を若干下回る量の硫酸ジメチルを 1 ~ 2 時間かけてゆっくりと加えた。添加完了後、反応混合物の攪拌を 50__ ~ 55__ でさらに 3 ~ 4 時間続けた。

【手続補正 1 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 6 1】

試験は、綿製のタオルについて、MIELE (登録商標) 洗濯機中で 25EHF (フランス硬度) の水を使用し、COLON (登録商標) の商標のもと Benckiser 社よりスペインで市販されている洗浄剤を用い、5 回の洗浄操作、及び各洗浄後のすすぎ段階での 5 回の柔軟化操作を行うことで、実施した。

【手続補正 1 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 6 2】

試験結果を、20 人の熟練したパネリストの主観的な見解を定量化し、これに基づいて得られた値の統計平均を計算することによって評価した。その基準は、a) ブランク、すなわち洗浄後柔軟剤を使用して処理しなかった綿のタオルの値を 0 とし、b) KAO Corporation S.A. から市販されている QUARTAMIN (登録商標) D86P なる硬化牛脂ジアルキルジメチルアンモニウムクロライドによる柔軟性を対照として値を 10 とした。この化合物は、極めて効果的であると認識される慣用の 4 級化柔軟化合物であり、その炭化水素鎖にエステル基が挿入されていないことにより、環境許容性はより低い。得られた結果を表 3 に示す。

【手続補正 1 5】

【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0063
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【0063】
 【表3】

繊維に於ける柔軟性テスト

活性柔軟基剤	柔軟性
実施例16のアルカノールアミンエステル塩	8
実施例17の四級化エステル	9
実施例18の四級化エステル	8
実施例20の四級化エステル	9
実施例28の四級化エステル	8
実施例29の四級化エステル	9
実施例30の四級化エステル	8
QUARTAMIN D86P(比較対照)	10
TETRANYL AT-7590	7
TETRANYL AT-7590は、トリエタノールアミンから誘導されるKAO Corporation, S.A.から市販の従来の四級化エステルである。	

【手続補正16】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0066
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【0066】

表4に於いて：

TETRANYL(登録商標) AT-7590は、KAO Corporation, S.A.より市販されている、トリエタノールアミンから誘導される在来の四級化エステルである。

TETRANYL(登録商標) L1-90は、KAO Corporation, S.A.より市販されている、トリエタノールアミンから誘導される在来の四級化エステルである。

KAOSOFT(登録商標) PHは、KAO Corporation, S.A.より市販されている、メチルジエタノールアミンから誘導される在来の四級化エステルである。

KAOSOFT(登録商標) 1は、KAO Corporationより市販されている、アミドエステルである。

TETRANYL(登録商標) PH-5は、KAO Corporation, S.A.より市販されている、カチオン系オリゴマー生成物である。

QUARTAMIN(登録商標) D86Pは、KAO Corporation, S.A.より市販されている、硬化牛脂ジアルキルジメチルアンモニウムクロライドである。

LEVENOL(登録商標) C-421は、KAO Corporation, S.A.より市販されている、エトキシ化グリセリンエステルである。

KAOPAN (登録商標) SP-120は、KAO Corporation, S.A.より市販されている、ソルビタンエステルである。

【手続補正 1 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 6 7】

【表 4】

水性繊維柔軟化組成物及びそれらの柔軟化効果

実施例	柔軟基剤有効分 ^A	非イオン界面活性剤	Cl ₂ Mg	微量成分 ^B 及び水	柔軟性
32	実施例17の四級化エステル(2.5%) TETRANYL AT-7590(2.5%)	—	—	100%まで	9
33	実施例18の四級化エステル(2%) TETRANYL AT-7590(14%)	LEVENOL C-421 (4%)	0.1%	100%まで	10
34	実施例19の四級化エステル(4%) TETRANYL L1/90(2.5%)	—	—	100%まで	10
35	実施例20の四級化エステル(0.5%) KAOSOFT PH(4.5%)	—	—	100%まで	11
36	実施例21の四級化エステル(20%)	—	—	100%まで	9
37	実施例16のクチオン塩(2%) KAOSOFT 1(14%)	KAOPAN SP-120 (3%)	0.15%	100%まで	11
38	実施例22の四級化エステル(0.5%) TETRANYL AT-7590(4.5%)	—	—	100%まで	10
39	実施例23の四級化エステル(0.25%) TETRANYL AT-7590(4.75%)	ペンタエリスリトール テトラステアレート (1%)	0.2%	100%まで	8
40	実施例24の四級化エステル(1%) TETRANYL AT-7590(4%)	—	—	100%まで	8
41	実施例25の四級化エステル(2.5%) TETRANYL PH-5(2.5%)	—	—	100%まで	9
42	実施例19の四級化エステル(1%) QUARTAMIN D86P(4%)	—	—	100%まで	11
43	実施例26の四級化エステル(5%)	グリセリンモノステアレート (1%)	—	100%まで	9
44	実施例28の四級化エステル(0.5%) TETRANYL AT-7590(4.5%)	—	—	100%まで	9
45	実施例29の四級化エステル(0.25%) TETRANYL AT-7590(4.75%)	—	—	100%まで	8
46	実施例30の四級化エステル(1%) TETRANYL AT-7590(4%)	—	—	100%まで	8
^A 組成物の全量に対する乾燥基剤有効分					
^B 香料, 着色物質, 防腐剤など					