

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-47655

(P2010-47655A)

(43) 公開日 平成22年3月4日(2010.3.4)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C 1 1 D 1/722 (2006.01)	C 1 1 D 1/722	4 H 0 0 3
C 1 1 D 1/29 (2006.01)	C 1 1 D 1/29	
C 1 1 D 17/08 (2006.01)	C 1 1 D 17/08	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2008-211388 (P2008-211388)	(71) 出願人	000000918
(22) 出願日	平成20年8月20日 (2008.8.20)		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	野村 真人
			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】 液体洗浄剤組成物

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】低温での流動性に優れ、かつ高い洗浄力を有する液体洗浄剤組成物を提供する。

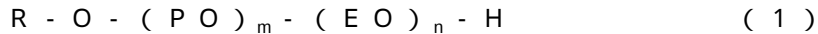
【解決手段】一般式(1)で表されるPO・EOブロック付加型の非イオン界面活性剤であって、炭化水素基が、炭素数11以下の飽和直鎖炭化水素基5～95モル%と炭素数12以上の飽和直鎖炭化水素基5～95モル%とから構成される非イオン界面活性剤(a)と、一般式(2)で表されるアルキル硫酸エステル塩(b)とを含有する液体洗浄剤組成物。R-O-(PO)_m-(EO)_n-H(1) R1-O-[(PO)_x/(EO)_y]-SO₃M(2)

【選択図】なし

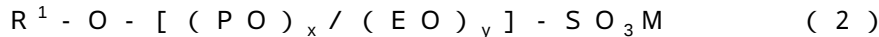
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式(1)で表され、Rが、炭素数11以下の飽和直鎖炭化水素基5～95モル%と炭素数12以上の飽和直鎖炭化水素基5～95モル%とから構成される非イオン界面活性剤(a)〔以下、(a)成分という〕と、下記一般式(2)で表されるアルキル硫酸エステル塩(b)〔以下、(b)成分という〕とを含有する液体洗浄剤組成物。



(式中、Rは炭素数6～24の飽和直鎖炭化水素基、POはプロピレンオキシ基、mは平均付加モル数で0.1～15、EOはエチレンオキシ基、nは平均付加モル数で0～50を示す。)



(式中、R¹は炭素数6～24の炭化水素基、POはプロピレンオキシ基、EOはエチレンオキシ基を示し、xは平均付加モル数で0～10、yは平均付加モル数で0～30を示す。POとEOはランダム配列でもブロック配列でも何れでもよい。Mは塩を形成する対イオンを示す。)

【請求項 2】

(a)成分の配合割合が、(a)成分及び(b)成分の合計量の10～90モル%である請求項1に記載の液体洗浄剤組成物。

【請求項 3】

(a)成分の炭素数12以上の飽和直鎖炭化水素基中、炭素数12の飽和直鎖炭化水素基(R₁₂)と炭素数13以上の飽和直鎖炭化水素基(R_A)のモル比が、R₁₂/R_A=5/95～95/5である、請求項1又は2に記載の液体洗浄剤組成物。

【請求項 4】

(b)成分が、一般式(2)中のxが0より大きい数の化合物である、請求項1～3の何れか1項記載の液体洗浄剤組成物。

【請求項 5】

(a)成分が、アルカリ触媒存在下で、原料化合物にアルキレンオキサイドを付加する工程を含む製造方法により得られたものである、請求項1～4の何れか1項記載の液体洗浄剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液体洗浄剤組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

液体洗浄剤組成物として、直鎖アルキル基を有する高級アルコールに酸化エチレンを付加させた高級アルコールエトキシレートが知られているが、低温では液晶構造を容易に形成し、流動性の悪化や分離を起こす。また、高級アルコールエトキシレートを含有する系に、洗浄力を高める等の目的でアルキル硫酸エステル塩を配合した場合も、同様に流動性の悪化や分離の問題が生じる。

【0003】

前記問題を克服するために、分岐アルキル基を有する高級アルコールエトキシレートが提案されたが、洗浄力の点で直鎖アルコールエトキシレートに劣っていた。

【0004】

また、炭化水素基に不飽和結合を有する不飽和アルコールエトキシレートは、低温流動性に優れるが、二重結合を有するために洗浄力、安定性が劣る。

【0005】

特許文献1において、溶剤の配合による低温流動性の改良が試みられたが、少なからず界面活性剤自身の性能に影響を与え、また洗浄に関与しない溶剤が混入するので好ましくない。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 6 】

また、特許文献 2 においては、飽和直鎖高級アルコールに酸化エチレンと酸化プロピレンをランダム付加することにより得られる非イオン界面活性剤が提案されたが、これでも満足のいく流動性、洗浄力を有していない。

【特許文献 1】特開昭 5 1 - 1 3 3 9 4 号公報、

【特許文献 2】特開平 7 - 3 0 3 8 2 5 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 7 】

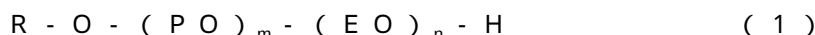
本発明の課題は、低温での流動性に優れ、かつ高い洗浄力を有する液体洗浄剤組成物を提供することである。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

本発明は、下記一般式 (1) で表され、R が、炭素数 1 1 以下の飽和直鎖炭化水素基 5 ~ 9 5 モル % と炭素数 1 2 以上の飽和直鎖炭化水素基 5 ~ 9 5 モル % とから構成される非イオン界面活性剤 (a) [以下、(a) 成分という] と、下記一般式 (2) で表されるアルキル硫酸エステル塩 (b) [以下、(b) 成分という] とを含有する液体洗浄剤組成物に関する。



(式中、R は炭素数 6 ~ 2 4 の飽和直鎖炭化水素基、P O はプロピレンオキシ基、m は平均付加モル数で 0 . 1 ~ 1 5、E O はエチレンオキシ基、n は平均付加モル数で 0 < n ≤ 5 0 を示す。)

20



(式中、R¹ は炭素数 6 ~ 2 4 の炭化水素基、P O はプロピレンオキシ基、E O はエチレンオキシ基を示し、x は平均付加モル数で 0 < x ≤ 1 0、y は平均付加モル数で 0 < y ≤ 3 0 を示す。P O と E O はランダム配列でもブロック配列でも何れでもよい。M は塩を形成する対イオンを示す。)

【発明の効果】

【 0 0 0 9 】

本発明の液体洗浄剤組成物は、低温での流動性に優れ、かつ高い洗浄力を有する。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 0 】

< (a) 成分 >

(a) 成分の一般式 (1) 中の R は、原料の汎用性、取り扱い性の理由から、炭素数 8 ~ 2 2 が好ましく、より好ましくは炭素数 8 ~ 1 8、更に好ましくは炭素数 8 ~ 1 6 である。R としては、直鎖アルキル基が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

(a) 成分は、低温での流動性や洗浄力といった性能面から、R が、炭素数 1 1 以下の飽和直鎖炭化水素基 (以下、単に短鎖アルキル基と表記する場合がある) 1 0 ~ 9 0 モル % と炭素数 1 2 以上の飽和直鎖炭化水素基 (以下、単に長鎖アルキル基と表記する場合がある) 1 0 ~ 9 0 モル % とから、更に短鎖アルキル基 2 0 ~ 8 0 モル % と長鎖アルキル基 2 0 ~ 8 0 モル % とから、更に短鎖アルキル基 3 0 ~ 7 0 モル % と長鎖アルキル基 3 0 ~ 7 0 モル % とから構成されることが好ましい。

40

【 0 0 1 2 】

また、(a) 成分の R は上記構成比を満たした上で、短鎖アルキル基と長鎖アルキル基のモル比が、短鎖アルキル基 / 長鎖アルキル基 = 1 / 9 ~ 9 / 1、更に 1 / 4 ~ 4 / 1、更に 3 / 7 ~ 7 / 3 であることが好ましい。

【 0 0 1 3 】

また、(a) 成分の長鎖炭化水素基中、炭素数 1 2 の飽和直鎖炭化水素基 (R₁₂) と炭素数 1 3 以上の飽和直鎖炭化水素基 (R_A) のモル比が、R₁₂ / R_A = 5 / 9 5 ~ 9 5 / 5

50

であることが、洗浄力の観点から好ましく、 $R_{12} / R_A = 10 / 90 \sim 90 / 10$ 、更に $20 / 80 \sim 80 / 20$ 、更に $30 / 70 \sim 70 / 30$ 、更に $40 / 60 \sim 60 / 40$ が好ましい。

【0014】

また、(a)成分は、Rにおける特定炭素数の化合物の個々の比率が40モル%以下であることが好ましく、より好ましくは35モル%以下である。従って、(a)成分は、Rとして、炭素数の異なる化合物を3つ以上含むことが好ましい。

【0015】

また、一般式(1)中、mのPOの平均付加モル数は、洗浄力といった性能面から、0.2~10が好ましく、より好ましくは0.5~5である。

10

【0016】

また、一般式(1)中、nのEOの平均付加モル数は、低温での流動性といった性能面から、3~30が好ましく、より好ましくは4~20、更に好ましくは5~15である。

【0017】

また、m/n(平均付加モル数の比)は1/150~10/3、更に1/40~5/4、より更に1/30~1/1が好ましい。

【0018】

(a)成分は、例えば、脂肪族飽和直鎖アルコールにプロピレンオキサイドを付加させた後に、更にエチレンオキサイドを付加させて得ることができ、この順序でブロック付加していること、且つ炭化水素基Rが、炭素数11以下の短鎖アルキル基と炭素数12以上の長鎖アルキル基の混合であることを必須とする。これにより、本発明の液体洗浄剤組成物では、低温での良好な流動性、高い洗浄力が実現できる。

20

【0019】

(a)成分は、アルキレンオキサイド付加体の分布が広くなり、本発明の効果を得るためにより好ましい化合物が得られることから、アルキレンオキサイド付加反応において、アルカリ触媒を使用することが好ましい。すなわち、(a)成分は、アルカリ触媒存在下で、原料化合物(脂肪族飽和直鎖アルコール、及びそのプロピレンオキサイド付加物)にアルキレンオキサイドを付加する工程を含む製造方法により得られたものが好ましい。アルカリ触媒としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムなどのアルカリ金属の水酸化物、及びトリエチルアミンなどのアミン化合物などが挙げられる。更に好適な触媒量は反応粗製物(全仕込み量)当たり0.005~1.5重量%(固形分換算)、より好ましくは0.02~1.2重量%(固形分換算)の範囲である。

30

【0020】

(a)成分の製造条件を以下に示すが、これに限定されるものではない。

【0021】

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、上記に列挙した本発明に好適に使用できる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で所定量のアルキレンオキサイド(プロピレンオキサイド、次いでエチレンオキサイド)を導入、付加させる。アルキレンオキサイドの付加反応操作において、所定量のアルキ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の適量を添加して触媒を中和し、目的の(a)成分を得ることができる。なお、中和操作において、アルカリ吸着剤を使用して、触媒を除去することも可能である。

40

【0022】

すなわち、本発明の(a)成分は、例えば上記の方法に準じて、アルカリ触媒の存在下、下記一般式(1')で表される脂肪族飽和直鎖アルコール(短鎖アルキル基と長鎖アルキル基が本発明の条件を満たすもの)に、プロピレンオキサイドを付加して、下記一般式

50

(1 ' ') で表される化合物を製造し、次いで、これにエチレンオキシドを付加して得ることができる。



(式中、R は炭素数 6 ~ 24 の飽和直鎖炭化水素基を示す。)



(式中、R は炭素数 6 ~ 24 の飽和直鎖炭化水素基、P O はプロピレンオキシ基、m は平均付加モル数で 0 . 1 ~ 15 を示す。)

【 0 0 2 3 】

< (b) 成分 >

(b) 成分のアルキル硫酸エステル塩は、一般式 (2) 中の R^1 の炭化水素基は、直鎖炭化水素基、分岐鎖炭化水素基、もしくはそれらの混合物であってよい。更に飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、もしくはそれらの混合物であってよい。ただし、原料の汎用性、取り扱い性の理由から、炭素数 8 ~ 22 が好ましく、より好ましくは炭素数 8 ~ 18 である。更に洗浄力といった性能面から直鎖炭化水素基、飽和炭化水素基が好ましい。塩は、ナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、モノエタノールアミン等のアルカノールアミン塩が好ましく、従って、一般式 (2) 中の M としては、アルカリ金属イオン、アルカノールアンモニウムイオンが挙げられる。また、一般式 (2) 中の P O と E O は、ランダム配列でもブロック配列でも何れでもよく、ブロック配列の場合、P O、E O の付加順序は問わない。ただし、洗浄力や低温での流動性といった性能面から P O、E O の付加順序で、ブロック配列のものが好ましい。

10

20

【 0 0 2 4 】

一般式 (2) 中の x の P O の平均付加モル数は、洗浄力といった性能面から、0 ~ 8 が好ましく、より好ましくは 0 . 2 ~ 5、更に好ましくは 0 . 2 ~ 4 である。(b) 成分は、一般式 (2) 中の x が 0 より大きい数の化合物であること、すなわち、(b) 成分として P O を含む化合物を用いることが好ましい。

【 0 0 2 5 】

また、一般式 (2) 中の y の E O の平均付加モル数は、洗浄力といった性能面から、0 ~ 20 が好ましく、より好ましくは 0 ~ 10、更に好ましくは 0 ~ 5 である。

【 0 0 2 6 】

また、m / n (平均付加モル数の比) は 1 / 150 ~ 10 / 3、更に 1 / 40 ~ 5 / 4、より更に 1 / 30 ~ 1 / 1 が好ましい。

30

【 0 0 2 7 】

< 液体洗浄剤組成物 >

本発明の液体洗浄剤組成物は、(a) 成分を、1 ~ 80 重量%、更に 3 ~ 70 重量%含有することが好ましい。また、(b) 成分を、1 ~ 80 重量%、更に 3 ~ 70 重量%含有することが好ましい。残部は水である。なお、本発明では、(b) 成分の量に関する記述は、ナトリウム塩型の化合物に換算した量に基づくものとする。衣料用液体洗浄剤組成物とする場合、(a) 成分の含有量は 1 ~ 70 重量%、更に 2 ~ 60 重量%が好ましく、(b) 成分の含有量は 1 ~ 70 重量%、更に 2 ~ 60 重量%が好ましく、20 における pH は 4 ~ 13、更に 5 ~ 12 が好ましい。また、食器やプラスチック、金属等の硬質表面用液体洗浄剤組成物とする場合、(a) 成分の含有量は 1 ~ 60 重量%、更に 2 ~ 50 重量%が好ましく、(b) 成分の含有量は 1 ~ 60 重量%、更に 2 ~ 50 重量%が好ましく、20 における pH は 3 ~ 13 が好ましく、4 ~ 12 がより好ましい。更に衣料を手洗いするための組成物等、軽質衣料用液体洗浄剤組成物とする場合、pH は 4 ~ 11 が好ましく、5 ~ 9 がより好ましい。

40

【 0 0 2 8 】

本発明の液体洗浄剤組成物は、(a) 成分の配合割合が、(a) 成分及び (b) 成分の合計量の 10 ~ 90 モル%、すなわち、 $[(a) \text{ 成分の配合量}] / [(a) \text{ 成分の配合量} + (b) \text{ 成分の配合量}] \times 100$ が 10 ~ 90 モル%であることが好ましい。この割合は、15 ~ 85 モル%であることがより好ましく、更に好ましくは 20 ~ 80 モル%、

50

より更に好ましくは 25 ~ 60 モル %、特に好ましくは 30 ~ 50 モル % である。

【0029】

本発明の液体洗浄剤組成物には、上記必須成分の他に、本発明の効果を阻害しない範囲内で、高級脂肪酸、溶剤、公知のキレート剤、再汚染防止剤として、例えばポリエチレングリコール、カルボキシメチルセルロース等、乳濁剤として、例えばポリ酢酸ビニル、酢酸ビニルスチレン重合体、ポリスチレンなどを配合することができる。更に pH を調整するために水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アルカノールアミン、硫酸、塩酸等を使用できる。また、公知の増粘剤、漂白剤、酵素、防腐剤などを配合することもできる。更に、洗浄力などを更に向上させるために (a) 成分以外の非イオン界面活性剤、(b) 成分以外の陰イオン界面活性剤、陽イオン界面活性剤、両性界面活性剤などと組み合わせることもできる。なお、他の非イオン界面活性剤を含有する場合、全非イオン界面活性剤中、(a) 成分の比率は 1 ~ 100 重量 %、更に 10 ~ 100 重量 % が好ましく、特に 30 ~ 100 重量 % が好ましい。また、全界面活性剤中、(a) 成分の比率は 1 ~ 95 重量 %、更に 5 ~ 90 重量 % が好ましく、(b) 成分の比率は 1 ~ 95 重量 %、更に 5 ~ 90 重量 % が好ましい。

10

【0030】

本発明の液体洗浄剤組成物は、衣料用、食器やプラスチック、金属等の硬質表面用、身体 (手指、毛髪、洗顔等) 用、更に、香粧や化粧用等として用いることができる。

【0031】

本発明の液体洗浄剤組成物は、5 における粘度が、移送時・配合時のハンドリング性の観点から、200 mPa・s 以下であることが好ましく、より好ましくは 150 mPa・s 以下、更に好ましくは 100 mPa・s 以下、より更に好ましくは 80 mPa・s 以下である。この粘度は後述の実施例の方法で測定されたものである。

20

【実施例】

【0032】

1. 非イオン界面活性剤の合成

(1) 本発明品の合成

炭素数 10 の飽和直鎖アルコール 158 g、炭素数 12 の飽和直鎖アルコール 400 g、炭素数 14 の飽和直鎖アルコール 390 g、炭素数 16 の飽和直鎖アルコール 105 g の混合アルコール (モル比 18.5 : 39.8 : 33.7 : 8) 及び KOH 3.0 g を攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3 kPa にて 30 分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120 まで昇温した後、プロピレンオキサイドを 626 g 仕込んだ。120 にて付加反応・熟成を行い、プロボキシレートを得た。次いで、120 にてエチレンオキサイドを 2376 g 仕込んだ。120 にて付加反応・熟成を行った。その後、80 まで冷却した後、3.3 g の酢酸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、本発明の非イオン界面活性剤 (1) [一般式 (1) において $R : C_{10} / C_{12} / C_{14} / C_{16} = 18.5 / 39.8 / 33.7 / 8$ (モル比、また、「Cn」は、炭素数 n の飽和直鎖炭化水素基を意味する、以下同様)、 $m = 2$ 、 $n = 10$] を得た。

30

【0033】

40

同様の操作にて、以下の非イオン界面活性剤を合成した。

非イオン界面活性剤 (2) ; 一般式 (1) において、 $R : C_8 / C_{10} / C_{12} / C_{14} / C_{16} / C_{18} = 7.4 / 18.1 / 39 / 24.1 / 7.9 / 3.5$ 、 $m = 1.5$ 、 $n = 7$ の非イオン界面活性剤

非イオン界面活性剤 (3) ; 一般式 (1) において、 $R : C_8 / C_{10} / C_{12} / C_{14} / C_{16} = 14.1 / 23.2 / 29.5 / 25.7 / 7.5$ 、 $m = 2$ 、 $n = 9$ の非イオン界面活性剤

非イオン界面活性剤 (4) ; 一般式 (1) において、 $R : C_8 / C_{10} / C_{12} / C_{14} / C_{16} = 7 / 17.4 / 59 / 12.8 / 3.8$ 、 $m = 1$ 、 $n = 10$ の非イオン界面活性剤

50

非イオン界面活性剤(5)；一般式(1)において、 $R : C_8 / C_{10} / C_{12} / C_{14} / C_{16} = 14.2 / 11.7 / 49.7 / 12.9 / 11.5$ 、 $m = 1.5$ 、 $n = 10$ の非イオン界面活性剤

【0034】

(2) 比較品の合成

(2-1) 比較合成例1

炭素数12の飽和直鎖アルコール930g及びKOH2.8gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキシドを580g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行い、プロポキシレートを得た。次いで、120にてエチレンオキシドを2200g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、3.0gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(6)を得た。この非イオン界面活性剤(6)は、アルキル基が単一の組成からなる比較品(一般式(1)中のmは2、nは10)である。

10

【0035】

(2-2) 比較合成例2

炭素数10の飽和直鎖アルコール79g、炭素数12の飽和直鎖アルコール200g、炭素数14の飽和直鎖アルコール195g、炭素数16の飽和直鎖アルコール53gの混合アルコール(モル比18.5:39.8:33.7:8)及びKOH1.5gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキシドを3132g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行い、プロポキシレートを得た。次いで、120にてエチレンオキシドを1188g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、1.7gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(7)を得た。この非イオン界面活性剤(7)は、一般式(1)中のmが20、nが10の比較品である。

20

【0036】

(2-3) 比較合成例3

炭素数10の飽和直鎖アルコール53g、炭素数12の飽和直鎖アルコール133g、炭素数14の飽和直鎖アルコール130g、炭素数16の飽和直鎖アルコール35gの混合アルコール(モル比18.5:39.8:33.7:8)及びKOH1.0gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキシドを209g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行い、プロポキシレートを得た。次いで、120にてエチレンオキシドを4752g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、1.1gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(8)を得た。この非イオン界面活性剤(8)は、一般式(1)中のmが2、nが60の比較品である。

30

40

【0037】

(2-4) 比較合成例4

炭素数10の飽和直鎖アルコール158g、炭素数12の飽和直鎖アルコール400g、炭素数14の飽和直鎖アルコール390g、炭素数16の飽和直鎖アルコール105gの混合アルコール(モル比18.5:39.8:33.7:8)及びKOH3.0gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、エチレンオキシドを2376g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、3.3gの酢酸をオートクレーブ内に加え、80で30分

50

間攪拌した後、抜き出しを行い、比較例の非イオン界面活性剤(9)を得た。この非イオン界面活性剤(9)は、一般式(1)中のmが0、nが10の比較品である。

【0038】

(2-5) 比較合成例5

合成アルコール(商品名:SAFOL23、SASOL社製、炭素数12、13のアルキル基を有する、分岐率50%)194g及びKOH0.5gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、エチレンオキサイドを440g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、0.6gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(10)を得た。この非イオン界面活性剤(10)は、一般式(1)中のRが、分岐鎖アルキル基を含み且つ短鎖アルキル基を含まず、更に、一般式(1)中のmが0、nが10の比較品である。

10

【0039】

(2-6) 比較合成例6

2-エチルヘキサノール65g、合成アルコール(商品名:ISOFOL12、SASOL社製、炭素数12のアルキル基を有する、分岐率100%)93gの混合アルコール(モル比50:50)及びKOH0.5gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキサイドを116g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行い、プロポキシレートを得た。次いで、120にてエチレンオキサイドを440g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、0.6gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(11)を得た。この非イオン界面活性剤(11)は、一般式(1)中のRが、分岐鎖アルキル基のみの比較品であり、Rとして短鎖アルキル基(C8)と長鎖アルキル基(C12)とをモル比50:50で含み、更に、一般式(1)中のmが2、nが10である。

20

【0040】

(2-7) 比較合成例7

炭素数10の飽和直鎖アルコール158g、炭素数12の飽和直鎖アルコール400g、炭素数14の飽和直鎖アルコール390g、炭素数16の飽和直鎖アルコール105gの混合アルコール(モル比18.5:39.8:33.7:8)及びKOH3.0gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキサイド626g、エチレンオキサイドを2376gを混合したアルキレンオキサイド混合物を仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、3.3gの酢酸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、比較例の非イオン界面活性剤(12)を得た。この非イオン界面活性剤(12)は、一般式(1)中のPOとEOがランダムに配列した比較品〔PO平均付加モル数2、EO平均付加モル数10〕である。

30

40

【0041】

(2-8) 比較合成例8

炭素数10の飽和直鎖アルコール158g、炭素数12の飽和直鎖アルコール400g、炭素数14の飽和直鎖アルコール390g、炭素数16の飽和直鎖アルコール105gの混合アルコール(モル比18.5:39.8:33.7:8)及びKOH3.0gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレーブに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、エチレンオキサイドを2376g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行い、エトキシレートを得た。次いで、120にてプロピレンオキサイドを626g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った。その後、80まで冷却した後、3.3gの酢酸をオ

50

ートクレープ内に加え、80 で30分間攪拌した後、抜き出しを行い、比較例の非イオン界面活性剤(13)を得た。この非イオン界面活性剤(13)は、一般式(1)中のPOとEOが逆にブロック配列した、 $R-O-(EO)_n-(PO)_m-H$ の構造の比較品〔PO平均付加モル数2、EO平均付加モル数10〕である。

【0042】

2. アルキル硫酸エステル塩の合成

炭素数12の飽和直鎖アルコール〔商品名：カルコール2098、花王(株)製〕2512g、炭素数14の飽和直鎖アルコール〔商品名：カルコール4098、花王(株)製〕1076g及びKOH5.2gを攪拌装置、温度制御装置、自動導入装置を備えたオートクレープに仕込み、110、1.3kPaにて30分間脱水を行った。脱水後窒素置換を行い、120まで昇温した後、プロピレンオキサイドを1075g仕込んだ。120にて付加反応・熟成を行った後、エチレンオキサイドを1630g仕込んだ。80まで冷却し、4.0kPaで未反応のアルキレンオキサイドを除去した。未反応アルキレンオキサイド除去後、5.6gの酢酸をオートクレープ内に加え、80で30分間攪拌した後、抜き出しを行い、プロピレンオキサイドの平均付加モル数が1、エチレンオキサイドの平均付加モル数が2であるアルコキシレートを得た。

【0043】

得られたアルコキシレートを、 SO_3 ガスを用いて下降薄膜式反応機にて硫酸化した。得られた硫酸化物をNaOH水溶液にて中和し、本発明のアルキル硫酸エステル塩(1)〔一般式(2)において $R^1: C_{12}/C_{14} = 72.9/27.1$ 、 $x = 1$ 、 $y = 2$ 、 $M = Na$ 、 R^1-O- にPO、EOの順で付加したブロック付加物〕を得た。

【0044】

同様の操作にて、以下のアルキル硫酸エステル塩を合成した。

アルキル硫酸エステル塩(2)；一般式(2)において $R^1: C_{12}/C_{14} = 72.9/27.1$ 、 $x = 0$ 、 $y = 2.5$ 、 $M = Na$ のアルキル硫酸エステル塩

アルキル硫酸エステル塩(3)；一般式(2)において $R^1: C_{12}/C_{14} = 72.9/27.1$ 、 $x = 0$ 、 $y = 0$ 、 $M = Na$ のアルキル硫酸エステル塩

アルキル硫酸エステル塩(4)；一般式(2)において $R^1: C_{12}/C_{14} = 72.9/27.1$ 、 $x = 1.5$ 、 $y = 0$ 、 $M = Na$ のアルキル硫酸エステル塩であって、 R^1-O- にPO、EOの順で付加したブロック付加物

【0045】

3. 液体洗浄剤組成物の調製及び評価

上記により得られた非イオン界面活性剤、アルキル硫酸エステル塩(ナトリウム塩)、及び表1に示した各成分を用い、表1に示した配合に従って液体洗浄剤組成物を調製し、以下の要領で低温での流動性評価、洗浄力評価を行った。評価結果を表1に示す。なお、表1に示した組成は、配合成分の固形分に基づく重量%である。また、表1の液体洗浄剤組成物は、衣料用液体洗浄剤組成物として好適である。

【0046】

(1) 粘度

液体洗浄剤組成物の粘度は、B型粘度計〔(株)東京計器製、VISCOMETER MODEL DVM-B〕を用い、使用するローター1~4、回転数30r/min、測定時間60秒の条件にて5で測定した。

【0047】

この評価において、液体洗浄剤組成物の粘度は、移送時・配合時のハンドリング性の観点から200mPa・s以下であることが好ましく、より好ましくは150mPa・s以下、更に好ましくは100mPa・s以下、更に好ましくは80mPa・s以下である。

【0048】

(2) 洗浄力

(人工污垢布の調製)

四塩化エチレン75Lに、下記に示す組成の有機污垢を1531.2g、及び同じく下

10

20

30

40

50

記に示す組成のカーボンペースト 240 g を加えて 10 分間超音波分散を行い、この浴中に幅 10 cm の洗浄布（ウールモスリン）を浸し、汚染後風乾して汚染布とする。この汚染布を 10 cm × 10 cm に裁断し、洗浄試験に供した。

【0049】

なお、有機汚垢の組成は、綿実油 44.8%、コレステロール 10.8%、オレイン酸 10.8%、パルミチン酸 7.8%、セチルアルコール 2.0%、固形パラフィン 5.1%、流動パラフィン 5.1%、（合計 86.4%）であり、カーボンペーストの組成は旭カーボンブラック 0.2%、綿実湯 13.4%（合計 13.6%）である。ここで、% は、有機汚垢とカーボンペーストの混合物における割合（重量%）である。

【0050】

120 cm × 40 cm の洗浄布（ウールモスリン）を 2 つ折り（60 cm × 40 cm）にして筒状に縫い合わせ、片面・表面側中央部分に上記人工汚垢布を 3 枚縫い付けた試験布を作成した。

【0051】

（洗浄処理）

全自動洗濯機（東芝 AW-D802VP）の洗濯機に水道水 30 リットルを入れ、上記試験布を 3 枚（人工汚垢布 9 枚）入れる。更に表 1 の液体洗浄剤組成物を 40 ml 入れ、標準コースにて洗濯する。尚、水道水は 20℃ に調整して用いた。洗濯終了後、20 ± 5% RH の恒温恒湿室に 24 時間静置乾燥した。

【0052】

（洗浄性能評価）

洗浄後の人工汚垢布反射率を測定し（ $\lambda = 550 \mu m$ ）、次式により洗浄率を計算し、下記の基準で評価した。この時、9 枚の人工汚垢布のうち、洗浄率が最高値及びその次に高いサンプルの計 2 枚並びに最低値及びその次に低いサンプルの計 2 枚を除外し、残り 5 枚の平均値で以下の基準により洗浄性能を評価した。

洗浄率（%）＝（洗浄後の反射率－洗浄前の反射率）／（原布の反射率－洗浄前の反射率）× 100

【0053】

I ... 洗浄率 40% 以上

II ... 洗浄率 35% 以上 40% 未満

III ... 洗浄率 30% 以上 35% 未満

IV ... 洗浄率 20% 以上 30% 未満

V ... 洗浄率 20% 未満

【0054】

10

20

30

【表 1】

		実施例										比較例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
液体洗浄剤組成物	(a)	非イオン界面活性剤(1)	13							13	13											
		非イオン界面活性剤(2)		13																		
		非イオン界面活性剤(3)			13			4	19												23	
		非イオン界面活性剤(4)				13																
		非イオン界面活性剤(5)					13															
		非イオン界面活性剤(6)										13										
		非イオン界面活性剤(7)											13									
		非イオン界面活性剤(8)												13								
		非イオン界面活性剤(9)													13							
		非イオン界面活性剤(10)														13						
	(b)	非イオン界面活性剤(11)															13					
		非イオン界面活性剤(11)																13				
		非イオン界面活性剤(12)																	13			
		アルキル硫酸エステル塩(1)	10	10	10	10	10	19	4				10	10	10	10	10	10	10	10	23	
		アルキル硫酸エステル塩(2)								10												
	アルキル硫酸エステル塩(3)									10												
	アルキル硫酸エステル塩(4)										10											
	ハプトエンソルホン酸ナトリウム	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
	モノエタノールアミン	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
	イオン交換水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	
合計		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100		
(a)/[(a)+(b)] (モル%)		43	49	45	46	45	12	75	41	34	42	44	24	16	47	47	45	43	100	0		
pH(20℃)		8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8		
粘度(mPa・s/5℃)		42	80	20	125	118	165	157	70	65	25	322	65	188	346	267	152	225	245	225	298	
洗浄性能		I	II	I	II	I	II	II	II	II	I	II	V	V	II	III	IV	III	IV	IV	IV	

表中、pHは、pH調整剤として、水酸化ナトリウム及び／又は硫酸を用いて調整した。なお、 $(a) / [(a) + (b)]$ (モル%) は、 $[(a) \text{ 成分の配合量}] / [(a) \text{ 成分の配合量} + (b) \text{ 成分の配合量}] \times 100$ で算出されるものであり、一部の比較例では、比較の非イオン界面活性剤を (a) 成分として算出した。

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 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

(72)発明者 福島 哲朗

和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

F ターム(参考) 4H003 AB31 AB33 AC23 BA12 DA01 DA02 DA05 DA09 DA12 DA17
EB14 EB22 ED02 FA28 FA30