(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4364635号
(P4364635)

(45)発行日　平成21年11月18日(2009.11.18)　(24)登録日　平成21年8月28日(2009.8.28)

(51)Int.Cl.		F I	
C11D 11/00	(2006.01)	C11D	11/00
C11D 1/83	(2006.01)	C11D	1/83
C11D 3/20	(2006.01)	C11D	3/20
C11D 17/08	(2006.01)	C11D	17/08

請求項の数 9　(全 20 頁)

(21)出願番号	特願2003-515617 (P2003-515617)
(86)(22)出願日	平成14年7月23日 (2002.7.23)
(65)公表番号	特表2004-536926 (P2004-536926A)
(43)公表日	平成16年12月9日 (2004.12.9)
(86)国際出願番号	PCT/US2002/023449
(87)国際公開番号	WO2003/010264
(87)国際公開日	平成15年2月6日 (2003.2.6)
審査請求日	平成16年1月13日 (2004.1.13)
(31)優先権主張番号	60/307,458
(32)優先日	平成13年7月24日 (2001.7.24)
(33)優先権主張国	米国(US)

前置審査

(73)特許権者　590005058
ザ　プロクター　アンド　ギャンブル　カンパニー
アメリカ合衆国オハイオ州，シンシナティー，ワン　プロクター　アンド　ギャンブル　プラザ　(番地なし)
(74)代理人　100075812
弁理士　吉武　賢次
(74)代理人　100091487
弁理士　中村　行孝
(74)代理人　100094640
弁理士　紺野　昭男
(74)代理人　100107342
弁理士　横田　修孝

最終頁に続く

(54)【発明の名称】添加剤を含む洗剤組成物の改善された製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

５％未満の水を含有する実質的に無水の非ニュートン界面活性剤ペーストを調製する方法であって、以下の工程、

Ａ）水性界面活性剤混合物を形成する工程であって、

ａ）この混合物の５重量％～８５重量％の陰イオン性界面活性剤；

ｂ）この混合物の５重量％～９５重量％の液体非イオン性界面活性剤；

ｃ）この混合物の１重量％～４０重量％のヒドロトロープであって、前記ヒドロトロープが少なくとも５個の炭素原子によって互いに離れた少なくとも２つの極性基を含む；

をブレンドすることにより水性界面活性剤混合物を形成する工程であって、前記水性界面活性剤混合物が、該水性界面活性剤混合物の５重量％～８０重量％の水を含有する工程；

Ｂ）真空下で前記水性界面活性剤混合物を乾燥して、水分含有量が５％未満の前記実質的に無水の界面活性剤ペーストを形成する工程であって、前記ペーストが、ずり減粘の非ニュートン流体の形態であり、降伏値が３０℃で２００Ｐａ未満である工程、

Ｃ）取扱い及び輸送を容易にするため、無水有機液体を工程Ｂから得られた前記界面活性剤ペーストに添加する工程、

を含むことを特徴とする、方法。

【請求項２】

前記陰イオン性界面活性剤が、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルサルフェート

、アルキルエトキシサルフェート、及びこれらの混合物からなる群より選択される、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記非イオン性界面活性剤が、アルコキシル化アルコール、エチレンオキシド（ＥＯ）－プロピレンオキシド（ＰＯ）ブロックポリマー、ポリヒドロキシ脂肪酸アミド、アルキル多糖類、及びこれらの混合物から成る群から選択される、請求項１に記載の方法。
【請求項４】
前記ヒドロトロープが、１，４－シクロヘキサンジメタノール、１，６－ヘキサンジオール、１，７－ヘプタンジオール及びこれらの混合物から成る群から選択される、請求項１に記載の方法。
【請求項５】
前記ヒドロトロープが、１，４－シクロヘキサンジメタノールである、請求項１に記載の方法。
【請求項６】
工程Ｃ）の有機液体が、アルキレングリコール；ジエチル－及びジプロピレングリコールモノブチルエーテル；グリコールモノブチルエーテル；プロポキシプロパノールのモノエチルエーテル、モノメチルエーテル、モノプロピルエーテル及びモノブチルエーテル；分子量が少なくとも１５０のポリエチレングリコール；酢酸メチル；メチルプロピオネート；メチルオクタノエート；メチルドデカノエート；及びこれらの混合物から成る群から選択される、請求項１に記載の方法。
【請求項７】
ａ）請求項１に記載の方法によって調製された実質的に無水の非ニュートン界面活性剤ペースト、および
ｂ）非水性溶媒、
を含む、非水性液体洗剤組成物。
【請求項８】
前記界面活性剤ペーストが、アルキルベンゼンスルホネート界面活性剤、アルキルエトキシサルフェート界面活性剤、アルキルサルフェート界面活性剤、及びこれらの混合物からなる群より選択されるメンバーを含む、請求項７に記載の組成物。
【請求項９】
前記非水性溶媒が、ブトキシプロポキシプロパノールである、請求項８に記載の組成物。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、無水陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤、非水性液体界面活性剤、ヒドロトロープ、及び任意選択的に、しかし好ましくは、その他の従来の洗剤成分を含む非水性液体洗濯洗剤組成物の製造方法、並びに洗剤成分、特に洗剤組成物、特に本発明の非水性液体洗濯洗剤組成物、に使用する界面活性剤を乾燥（水を除去）する方法に関する。上で述べたことに加え、本発明は、このような洗剤成分を、前記方法で使用する溶媒を回収する必要なく乾燥する手段も提供する。
【背景技術】
【０００２】
液体洗濯洗剤製品は、乾燥、粉末又は粒子状洗濯洗剤製品と比べて多数の利点を与える。液体洗濯洗剤製品は容易に計量でき、洗浄水に素早く溶解し、埃が発生せず、洗濯する衣類の汚れた領域に濃縮溶液又は分散液の形態で容易に適用することができ、通常、顆粒製品よりも保管場所をとらない。さらに、液体洗濯洗剤は、粒子状又は顆粒洗濯洗剤製品の製造に用いられる乾燥操作で劣化する物質をその処方に組み込むことができる。液体洗濯洗剤は、通常、顆粒洗濯洗剤よりも使用が簡便だと考えられることから、消費者にかなり好まれている。

【０００３】
液体洗濯洗剤は、顆粒洗濯洗剤製品に比べて多数の長所を有するが、その使用に伴う短所も存在する。特に、顆粒製品中で互いに適合性のある洗濯洗剤組成物成分は、液体中、特に水性液体環境において、互いに相互作用又は反応する傾向を持つ場合がある。界面活性剤、香料、光沢剤及び非水性溶媒のような成分は、容認できる程度の組成安定性を備えて液体洗濯洗剤製品に組み込むことが特に困難になりうる。組成安定性に乏しいと、洗剤組成物が保管中に劣化して、非審美的で、効果のない、不均一な洗剤組成物になる可能性がある。
【０００４】
液体洗濯洗剤製品の化学的適合性及び安定性を増強するための１つの方法は、実質的に無水の非水性液体洗濯洗剤組成物を処方することであった。一般に、非水性液体洗濯洗剤組成物の成分の化学的安定性は、洗濯洗剤組成物中の水の量が減少するにつれて増大する。さらに、液体洗濯洗剤組成物の水の量を最少にすることによって、組成物の界面活性を最大にすることができる。非水性液体洗濯洗剤組成物は、米国特許第４，６１５，８２０号（ヘップワース（Hepworth）ら、１９８６年１０月１７日発行）、米国特許第４，９２９，３８０号（シュルツ（Schultz）ら、１９９０年5月２９日発行）、米国特許第５，００８，０３１号（シュルツ（Schultz）ら、１９９１年4月１６日発行）、ＥＰ－Ａ－０３００９６（エルダー（Elder）ら、１９８１年6月１０日発行）、ＰＣＴ国際公開特許ＷＯ９２／０９６７８（ホール（Hall）ら、１９９２年6月１１日発行）、及びＥＰ－Ａ－５６５０１７（サンダーソン（Sanderson）ら、１９９３年１０月１３日発行）に開示されている。
【０００５】
しかし、非水性液体洗濯洗剤は、独自の短所及び問題の組を伴う。卓越した組成安定性を有するという望ましい長所は、該非水性液体洗濯洗剤が自動衣服洗濯機内の洗浄溶液中での安定性及び分散性に乏しいことも意味する。非水性液体は一般的に厄介なレオロジー特性を持ち、剪断速度の上昇とともにペースト又は液体の粘度が増大し、該ペーストのポンプ移送、保管及び輸送を困難にする「ずり増粘」として知られる傾向を示す。さらに、非水性液体洗濯洗剤組成物は製造が困難で、高額である。水を除去するために、長時間の加熱及び攪拌を必要とする乾燥工程が必要である。ただし、製造設備で適切な加熱及び攪拌条件を一貫して達成することは困難なだけでなく、このような乾燥操作は洗剤組成物の個々の構成成分を分解又は蒸発させる作用を持つ可能性もある。このような流体を扱うことに伴う困難及び費用は、洗濯洗剤組成物としてのその利用を大幅に減少させる。
【０００６】
種々の消費者製品、特に顆粒洗剤製品及び液体洗剤製品のような洗剤製品、とりわけ実質的に無水の液体洗剤製品に、界面活性剤を組み込むことは、このような製品の製造において一般的な工程である。しかし、アルキルベンゼンスルホネート界面活性剤のような従来の界面活性剤は、一般に、製品に加工される前の水性ペーストの形態でしか入手できないことから、このような界面活性剤を組み込むことは、特に実質的に無水の液体製品の場合に、配合者に難題を呈する。
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００７】
以上から、高い化学的及び組成安定性を有し、液体洗濯洗剤組成物の必須成分を含有し、高い界面活性を有し、及び洗浄溶液に容易に可溶である非水性液体洗濯洗剤製品を製造する方法を提供する継続的な必要性が明らかに存在する。さらに、このような方法は、複数の製造現場で容易に再現できるべきであり、及び容易にポンプ移送、保管及び輸送できる液体洗濯洗剤製品を製造すべきである。
【０００８】
本発明は、可溶性、好ましくは水溶性の、実質的に無水の界面活性剤ペースト及びその他の洗剤成分を製造する方法、このような方法によって形成される製品並びにこのような

無水界面活性剤ペースト及び／又はその他の洗剤成分を含む組成物を提供することによって上述の必要性を満足する。

【課題を解決するための手段】

【０００９】

本発明は、５％未満の水を含有する実質的に無水の界面活性剤ペーストの調製方法を包含し、該方法が：

Ａ）水性界面活性剤混合物を、該混合物の

（ａ）約５重量％～約８５重量％の陰イオン性界面活性剤；

（ｂ）約１５重量％～約９５重量％の液体非イオン性界面活性剤；

（ｃ）約１重量％～約４０重量％のヒドロトロープであって、前記ヒドロトロープが少なくとも５個の炭素原子によって互いに離れた少なくとも２つの極性基を含む；

をブレンドすることによって形成する工程であって、前記水性界面活性剤混合物が該水性界面活性剤混合物の５重量％～約８０重量％の水を含有する工程；

Ｂ）真空下で前記水性界面活性剤混合物を乾燥して水分含有量が５％未満の実質的に無水の界面活性剤ペーストを形成する工程であって、前記ペーストが室温（１８～３０℃）でずり減粘の非ニュートン流体の形態であり、好ましくは降伏値が３０℃で約２００Ｐａ未満、より好ましくは５０Ｐａ～１００Ｐａである；及び

Ｃ）任意選択的に、取扱い及び輸送を容易にするため、無水有機液体を工程Ｂから得られた界面活性剤ペーストに添加する工程を含む。

【００１０】

好ましい方法において、陰イオン性界面活性剤は、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルサルフェート、アルキルエトキシサルフェート、及びこれらの混合物からなる群より選択される。好ましくは、非イオン性界面活性剤は、アルコキシル化（特にエトキシ化）アルコール、エチレンオキシド（ＥＯ）－プロピレンオキシド（ＰＯ）ブロックポリマー、ポリヒドロキシ脂肪酸アミド、アルキル多糖類、及びこれらの混合物から成る群から選択される。

【００１１】

好ましくは、ヒドロトロープ：陰イオン性界面活性剤の重量比は約１：１～約１：１００の範囲である。好ましいヒドロトロープは、１，４－シクロヘキサンジメタノール、１，６－ヘキサンジオール、１，７－ヘプタンジオール、及びこれらの混合物から成る群から選択される。

【００１２】

一つの態様において、工程Ｃの有機液体は、アルキレングリコール、ジエチル－及びジプロピレングリコールモノブチルエーテル、グリコールモノブチルエーテル、プロポキシプロパノールのモノエチルエーテル、モノメチルエーテル、モノプロピルエーテル及びモノブチルエーテル、分子量が少なくとも約１５０のポリエチレングリコール、酢酸メチル、メチルプロピオネート、メチルオクタノエート、メチルドデカノエート、及びこれらの混合物から成る群から選択される。

【００１３】

本発明は、以上の方法に従って調製された乾燥した、実質的に無水の界面活性剤ペーストを、無水溶媒と共に含む無水の液体洗剤組成物も提供する。好ましくは、前記界面活性剤ペーストは、ヒドロトロープ、非イオン性界面活性剤、並びにアルキルベンゼンスルホネート界面活性剤、アルキルサルフェート界面活性剤、アルキルエトキシサルフェート界面活性剤、及びこれらの混合物から成る群から選択される陰イオン性界面活性剤を含む。最も好ましくは、非水性溶媒はブトキシプロポキシプロパノールである。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１４】

本発明は、２０％～約６０％の陰イオン性界面活性剤、及び約８０％までの、より一般的には約４０％の水を含む市販の原料を使用して実質的に無水の洗剤ペーストを提供するための有効な方法を提供する。本明細書の方法は、別の方法で通常の蒸発装置を用いて実

施できるが、好ましくは本明細書で後により完全に開示するような攪拌式薄膜蒸発器を用いる。

【００１５】

陰イオン性界面活性剤を含む市販の水性原料の水分含有量を減少することは、商業規模での実施が驚くほど困難である。例えば、C_{10}～C_{18}アルキルベンゼンスルホネートナトリウムの水溶液（ＬＡＳ）を含む市販原料から水を単に蒸発しようとすると、取扱いにくい物質が得られる。ＬＡＳ原料をブトキシプロポキシプロパノール（ＢＰＰ）のような有機液体と混和し、続いて蒸発すると、共沸混合物が生成し、該共沸混合物を破断してＢＰＰを回収及び水を除去するという困難が伴う。ＬＡＳ原料を液体の非水性非イオン性界面活性剤と混和し、続いて蒸発すると、ポンプ移送及び別の方法での取扱いが困難であり、５％未満、特に約１％未満の水分含有量まで乾燥することが困難な濃厚な物質が得られる。

【００１６】

本発明は、液体洗濯洗剤組成物、特に非水性液体洗濯洗剤組成物を製造する方法及び該液体洗濯洗剤組成物の製造に使用される洗剤成分を乾燥（水を除去）するための方法を提供することによって、以上に識別された必要性を満足させる。本発明のこのような方法は、ヒドロトロープの存在下で溶媒／キャリアとして機能する非水性界面活性剤を有機溶媒の代わりに使用することから、溶媒回収システムを必要とすることなく実施できる。しかし、非水性液体洗剤組成物が加工（例えば、本明細書に記載の乾燥）された後で、有機溶媒を非水性液体洗剤組成物に添加することができる。

【００１７】

本発明の１つの態様においては、１）水性陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤、溶媒及び／又はキャリアとして機能する非水性液体界面活性剤、並びにヒドロトロープを混合して水性界面活性剤混合物を形成する工程、及び２）該水性界面活性剤混合物を真空下で乾燥して、約１重量％未満の水を含有する無水界面活性剤ペーストを形成する工程を含む、非水性液体洗濯洗剤の製造方法が提供される。この方法は、個々の成分が加工され、それによって「乾燥された」成分を生成できるように変更されてもよい。例えば、水性陰イオン性スルホネート界面活性剤を、「乾燥された」陰イオン性スルホネート界面活性剤の最終製品混合物が約１重量％未満の水を含有するような乾燥工程によって乾燥することができる。このような「乾燥された」陰イオン性スルホネート界面活性剤を、続いて、非水性液体洗剤組成物に組み込むことができる。この乾燥工程は、好ましくは攪拌式薄膜蒸発器（ＡＴＦＥ）内で発生する。

【００１８】

本発明の利益は、溶媒及び／又はキャリアとして機能する非水性液体界面活性剤を含む液体洗濯洗剤組成物、及び凝縮蒸気中に揮発分をごくわずかに有するこのような水性液体洗濯洗剤製品を乾燥（該製品から水を除去）するための方法を提供することにある。

【００１９】

さらに、本発明の方法は、洗浄液に容易に溶解できる非水性液体洗濯洗剤製品を生成する。

【００２０】

本発明の別の好ましい態様は、界面活性剤若しくは界面活性剤の組み合わせ及び／又はキレート剤、ビルダー、緩衝剤、レオロジー変性剤等のその他の従来の洗剤成分を製造及び／又は乾燥する方法を包含する。このような方法は、界面活性剤及び／又はその他の従来の洗剤成分の混合物を水性媒質又は水性及び溶媒媒質の組み合わせ中で調製する工程を含む。この調製工程は、これらの物質を中和された水性及び／又は粉末形態で混合することによって、又は溶媒の存在又は非存在下で、ケミソン（Chemithon）、バレストラ（Ballestra）又はマンロ（Manro）ユニットのような主浴中和ループでバッチ又は連続式で共中和することによって達成されてもよい。乾燥工程は、調製された混合物を、バッチ又は連続式の乾燥装置である乾燥デバイス又は装置に供給することを含む。バッチ乾燥装置の一つの例は、真空下で加熱できる、好ましくは攪拌された組み合わせタンクである。該タ

ンクは、水が混合物から除去されるような好適な真空及び温度で運転される。連続乾燥装置の一つの例は、ＬＣＩコーポレーション（LCI Corporation）から市販されているようなＡＴＦＥである。

【００２１】

本発明の別の好ましい態様は、任意選択の工程において、粘度を操作し、それによって取扱い、保管及び輸送を容易にするため、ＡＴＦＥを出る乾燥した界面活性剤ペーストに無水有機溶媒を添加することを含む。

【００２２】

本発明は、第二の態様でも実践される。この実施形態は、中和された混合物が連続中和ループによって形成される中和工程を含む。中和される混合物は、酸の形の陰イオン性界面活性剤を含有し、それに塩基性の非水性液体界面活性剤及びヒドロトロープが添加される。中和された混合物は、中和された混合物の少なくとも約５重量％の水分含有量を有し、及び非ニュートン流体である。酸の形の陰イオン性界面活性剤と塩基のモル比は約１：１～約９：１である。

【００２３】

その後の工程で、中和された混合物の第一の部分が連続中和ループから取り除かれ、本発明による真空下で乾燥されて、水分含有量が約５％未満、より好ましくは３％未満、最も好ましくは１％未満の非水性界面活性剤ペーストを形成し、その間に中和された混合物の第二の部分が連続中和ループ内を再循環する。

【００２４】

それが望ましい場合、キレート剤、緩衝剤、ビルダー、及び／又は有機液体を中和ループに添加するか又は中和された混合物が中和ループから取り除かれた後に混合物に添加してもよい。中和ループと乾燥工程は、必ずしも互いに連係しない。

【００２５】

本発明は、微量の水しか含まない界面活性剤ペーストを調製するという長所を提供し、さらに、漂白剤、漂白活性化剤、ビルダー、酵素、増白剤及びその他の添加剤のような洗濯洗剤組成物への使用が望ましい成分の多くを組み込むことができる。界面活性剤ペースト又は混合物中の水の量を最少にすることによって、界面活性剤ペーストの活性を最大にすることができる。

【００２６】

ここでのすべての割合、比率及び百分率は特に指定のない限り重量による。全ての引用文献は、関連部分において引用され、参考として本明細書に組み込まれる。いかなる文書の引用も、該文書が本発明に対する先行技術であることを認めるものとみなされるべきではない。

【００２７】

定義－本明細書で使用する時、「ニュートン流体」は、指定された温度での指定された剪断速度の範囲内で、その粘度が実質的に一定値を有する流体又はペーストである。

【００２８】

本明細書で使用する時、「非ニュートン流体」は、「ニュートン流体」として特徴づけられることができない流体を表す。

【００２９】

本明細書で使用する時、「非水性」又は「無水」は同意語として使用され、いずれも水分含有量が５％未満、特に約１％未満、好ましくは約０％～約０．９％の流体を説明する。

【００３０】

本明細書で使用する時、種々のポリマーの「分子量」は、重量平均分子量を意味する。

【００３１】

（方法）

本発明は、添加剤を含む非水性液体洗濯洗剤を、水性界面活性剤混合物を形成し、続いて該混合物を真空下で乾燥して非水性無水界面活性剤ペーストを形成することによって調

製する方法を記載する。添加剤を含む非水性液体洗濯洗剤組成物の調製方法は、多くの重要なパラメータを有し、多くの異なる成分及び添加剤、同様に多数のその他の好ましい及び任意選択のプロセス副次的部分を組み込んでおり、それは本明細書で後述される。

【００３２】

水性界面活性剤混合物の形成

一つの態様において、本明細書の方法は、バッチ式で実施することができる。例えば、選択された成分は、水性界面活性剤混合物を形成するため、かきまぜ羽根を備えた混合機内に入れられる。該成分の各々は、約２０％の水を含む中和された水溶液の形態で添加されることが好ましい。

【００３３】

この工程における第一の成分は水性界面活性剤である。最終的な水性界面活性剤混合物は、約５重量％～約８５重量％、より好ましくは約２５重量％～約７５重量％、最も好ましくは約４０重量％～約６０重量％の陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤を含む。

【００３４】

第二の成分は、溶媒及び／又はキャリアとして使用される液体非イオン性界面活性剤である。最終的な水性界面活性剤混合物は、約５重量％～約９５重量％、より好ましくは約７重量％～約８５重量％、最も好ましくは約１０重量％～約７０重量％の液体非イオン性界面活性剤を含む。好適な液体界面活性剤は、以下でより詳細に論じられる。

【００３５】

配合工程における第三の成分は、特定のヒドロトロープである。最終的な水性界面活性剤混合物は、約２重量％～約４０重量％、より好ましくは約５重量％～約３０重量％のヒドロトロープを含む。ヒドロトロープは、以下でより詳細に論じられる。

【００３６】

配合工程における第四の成分が使用される場合には、キレート剤、緩衝剤、ビルダー、酵素、増白剤、レオロジー変性剤、ポリマー及びコポリマーのような任意選択の洗剤添加剤を含む。これらは、以下でより詳細に論じられる。

【００３７】

第一（混合）工程での水性界面活性剤混合物は、好ましくは少なくとも約５重量％、一般的には約５重量％～８０重量％、より一般的には約１８重量％～約５０重量％の水を含有する。水性界面活性剤混合物は、約２５℃～約８０℃の温度、好ましくは約３５℃～約７０℃の温度、最も好ましくは約４５℃～約６０℃の温度で、成分のすべてを（いずれの順序でも）一緒に混合して実質的に均一な混合物にすることによって形成される。温度が低すぎると混合物の加工が困難になり、温度が高すぎると混合物の構成成分が分解する可能性があることから、温度制御は重要である。

【００３８】

界面活性剤混合物形成工程での混合は、最も好ましくは標準的な混合機又はクラッチャーで実施される。混合機の速度及び混合工程の持続時間は、使用する混合機及び成分の種類に依存して変動する。混合は、均一な水性界面活性剤混合物を得るのに十分な速度及び時間で実施すべきである。

【００３９】

水性界面活性剤混合物の乾燥

以上の方法で調製された水性界面活性剤混合物は、続いて、乾燥工程が実施される乾燥デバイスへポンプ移送される。該方法の乾燥工程は、水性界面活性剤混合物を真空下で乾燥して、好ましくは約１重量％未満の水を含有する非水性で実質的に無水の界面活性剤ペーストを形成する。この乾燥は、乾燥が真空下で実施されるという条件で、いかなる通常の蒸発器で実行されてもよい。乾燥温度は９０℃～２００℃が一般的である。好適な蒸発器は、ペリー（Perry）の化学工学ハンドブック（Chemical Engineering Handbook）、第７版、１９９７年、マグローヒル（McGraw-Hill）、１１－１０８～１１－１１１頁、「蒸発器の種類と用途」（Evaporator Types and Applications）に図解されている。好ま

しい蒸発器は、スチームジャケット付攪拌式薄膜蒸発器（ＡＴＦＥ）である。

【００４０】

ＡＴＦＥは、好ましくは２５～４００ｍｍＨｇ、より好ましくは７５～３００ｍｍＨｇ、最も好ましくは１００～２００ｍｍＨｇの真空下で運転される。ＡＴＦＥのジャケット温度は、好ましくは１００～２００℃、より好ましくは１２０～１８０℃、最も好ましくは１３０～１７０℃で運転される。

【００４１】

乾燥工程は、揮発物の回収及び再利用を必要とせずにその後凝縮される水蒸気及びその他の揮発物の組み合わせも生成する。当業者は、ＡＴＦＥの運転条件、即ち温度及び圧力並びにＡＴＦＥ内の入口送り速度及び滞留時間を操作して、乾燥された材料の水分及び凝縮蒸気中の有機物の濃度を左右することができる。出口の乾燥した材料の水分は、好ましくは３重量％未満、より好ましくは２重量％未満、最も好ましくは１重量％未満である。凝縮蒸気中の有機物の濃度は、好ましくは２重量％未満、より好ましくは１．２重量％未満、最も好ましくは０．６重量％未満である。

【００４２】

乾燥に続く任意選択の加工工程は、粘度を操作し、それによって取扱い、保管及び輸送を容易にするために、ＡＴＦＥを出る乾燥した界面活性剤ペーストに無水有機溶媒を添加することである。

【００４３】

本発明の方法は、第二の態様でも実践でき、それは連続的である。この態様において、中和された界面活性剤混合物は、連続的な中和ループによって形成される。中和ループには、酸の形の陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤、中和塩基、非水性液体界面活性剤、及びヒドロトロープの４つの構成成分が連続的に添加される。構成成分の混合物は、構成成分が混合機、ポンプ及び熱交換器を通じて循環するにつれて形成される。中和は、塩基が酸の形の界面活性剤と反応して界面活性剤の塩を生成する時に起こる。得られた中和された混合物は、中和された混合物の少なくとも約１５重量％の水分含有量を有し、非ニュートン流体である。

【００４４】

酸の形の界面活性剤を十分に中和するいかなる中和塩基も好適である。好ましい中和塩基としては、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属水酸化物及びアルカリ金属リン酸塩、例えば炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、及びポリリン酸ナトリウムが挙げられる。

【００４５】

中和混合物の第一の部分は、第二の部分が連続中和ループからポンプ移送される間に、連続中和ループ内で再循環することができる。それが望ましい場合、キレート剤、緩衝剤、ビルダー、及び／又は有機液体のようなその他の添加剤をスタティックミキサ内の中和された混合物の第二の部分に添加し、混合してもよく、得られる混合物は一般に約５重量％～約５０重量％の水分含有量を有する。得られた混合物を、続いてスタティックミキサ内でさらに混合する。配合者の必要性に応じて、例えば追加のキレート剤又は有機液体を、中和された混合物の第二の部分に再添加し、スタティックミキサ又はクラッチャーのような通常の混合機で再混合してもよい。

【００４６】

酸の形の陰イオン性界面活性剤と塩基のモル比は約１：１～約９：１である。これらの成分は、適切な場合、水性溶液の形態で添加されることが好ましい。連続中和ループに添加される種々の構成成分は、好ましくは次の量の水を含有する：

【表１】

酸の形の陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤	2.0%未満
中和塩基	約30%～約90%
非水性液体界面活性剤	2%未満
ヒドロトロープ	1%未満

中和された混合物の第二の部分は、続いて真空下で乾燥されて、水分含有量が５％未満、最も好ましくは１％未満の実質的に無水の界面活性剤ペーストを形成する。乾燥操作は上述の通りであり、同じ装置及びプロセス変量を使用できる。

【００４７】

上述の方法は、微量の水しか含まない界面活性剤ペーストを調製するという長所を提供し、さらにビルダー、増白剤及びその他の添加剤のような洗濯洗剤組成物への使用が望ましい成分の多くを組み込むことができる。界面活性剤ペースト中の水の量を最少にすることによって、界面活性剤ペーストの活性を最大にすることができる。さらに、本発明は、さらに無水有機溶媒及び／又はキャリアと混合してそのレオロジーを操作し、それによって取扱い、保管及び輸送を容易にすることができる無水の高活性界面活性剤ペーストの製造を可能にする。

【００４８】

本明細書に記載の方法は、洗剤産業で液体洗剤又はいかなる形態の固体洗剤（例えば、顆粒、錠剤等）の製造に一般的に使用される他の既知の洗剤製造方法の工程と組み合わせてもよい。

【００４９】

（非水性液体洗剤製品）

本発明の無水界面活性剤ペーストは、非水性（無水）液体洗剤製品に他の洗剤成分と共に組み込まれてもよい。このような非水性液体洗剤製品は、一般的に液相と固相を含有する。液相は一般的に非イオン性界面活性剤及び非水性低極性有機溶媒を含む。固相は一般的に、漂白剤のような１つ又はそれ以上の粒子状物質を含有する。

【００５０】

本明細書の非水性液体洗剤組成物は、その必須成分と任意成分をいずれかの簡便な順番で組み合わせることによって、及び得られた成分の組み合わせを混合（例えば攪拌）して本明細書の相安定組成物を形成することによって、調製できる。こうした組成物の好ましい調製方法においては、必須成分及び特定の好ましい任意成分は特定の順序で混合される。このような方法は、米国特許第５，８７２，０９２号（コン・チャン（Kong-Chan）ら）に詳細に記載されている。

【００５１】

このような好ましい調製方法において、液体マトリックスは、液体成分（例えばアルコールエトキシレート非イオン性界面活性剤及び非水性低極性有機溶媒）の少なくとも大部分、好ましくは実質的にすべてを含有して形成され、液体成分は該液体の組み合わせに剪断攪拌を付与することによって完全に混和される。例えば、機械的攪拌器での高速攪拌は、有用に用いられる。

【００５２】

剪断攪拌を維持している間に、アルキルサルフェート又はアルキルベンゼンスルホネート陰イオン性界面活性剤、例えばラウリル硫酸ナトリウム又はC_{11}～C_{13}アルキルベンゼンスルホネートナトリウムの本質的にすべてを、粒径が約０．２～１，０００ミクロンの粒子の形態で添加することができる。本明細書で製造される実質的に無水のペースト又は粒子として界面活性剤を添加した後、アルカリ性供給源の粒子、例えば炭酸ナトリウムを、この組成物成分の混和が剪断攪拌され続けている間に添加することができる。その他の固体形態の任意成分は、この時点で組成物に添加することができる。混合物は続けて攪拌され、必要であれば、液相内における不溶性固相粒子の均一な分散を形成するために、この時点で攪拌を増やすことができる。

【００５３】

固体物質の幾つか又は全てをこの攪拌中の混合物に添加した後、粒子状物質を、混合物が剪断攪拌されている間に組成物にもう一度添加することができる。

【００５４】

以上に記載の非水性液体組成物調製手順の変化として、１つ又はそれ以上の固体成分を、少量の１つ又はそれ以上の液体成分とプレミックスした粒子のスラリーとして、攪拌さ

れている混合物に添加してもよい。

【００５５】

したがって、少量の陰イオン性界面活性剤及び／又は非水性低極性溶媒とアルキルサルフェート界面活性剤の粒子及び／又はアルカリ性供給源の粒子及び／又は漂白活性化剤の粒子とのプレミックスを別々に形成し、攪拌されている組成物成分の混合物にスラリーとして添加してもよい。

【００５６】

本明細書に記載の方法は、洗剤産業で液体洗剤又はいかなる形態の固体洗剤（例えば、顆粒、錠剤等）の製造に一般的に使用される他の既知の洗剤製造方法の工程と組み合わせてもよい。

【００５７】

（好ましい洗剤成分）

陰イオン性界面活性剤

好適な陰イオン性サルフェート又はスルホネート界面活性剤には、分子構造に約１０～約２０個の炭素原子を有するアルキル基、及びスルホネート又は硫酸エステル基を有する有機イオウ反応生成物の水溶性の塩、好ましくはアルカリ金属アンモニウム、及びアルキロールアンモニウム塩が含まれる。（用語「アルキル」には、アシル基のアルキル部分が含まれる。）合成界面活性剤のこの群の例には、アルキル基が約９～約１５個の炭素原子を直鎖又は分枝鎖構造で含有するアルキルベンゼンスルホネートナトリウム及びカリウムがあり、例えば、米国特許第２，２２０，０９９号及び第２，４７７，３８３号に記載されている種類のものがある。とりわけ価値があるのはアルキル基の平均炭素原子数が約１１～１３個の直鎖アルキルベンゼンスルホネートで、C_{11}～C_{13}ＬＡＳと略される。

【００５８】

本明細書のその他の陰イオン性界面活性剤は、アルキルグリセリルエーテルスルホン酸ナトリウム、特にタロー及びココヤシ油から誘導される高級アルコールのエーテルのもの、ココヤシ油脂肪酸モノグリセリドスルホン酸ナトリウムである。

【００５９】

本明細書の他の有用な陰イオン性界面活性剤には、脂肪酸基の中に約６～２０個の炭素原子を、及びエステル基の中に約１～１０個の炭素原子を含有する、α－スルホネート脂肪酸のエステルの水溶性塩；アシル基の中に約２～９個の炭素原子を、及びアルカン部分に約９～約２３個の炭素原子を含有する、２－アシルオキシ－アルカン－１－スルホン酸の水溶性塩；約１２～２４個の炭素原子を含有するオレフィンスルホネートの水溶性塩；及びアルキル基の中に約１～３個の炭素原子を、及びアルカン部分に約８～約２０個の炭素原子を含有する、β－アルキルオキシアルカンスルホネートが挙げられる。酸の塩は一般的に議論及び使用されるが、酸の中和は微細分散剤混合工程の一部として実施できる。

【００６０】

本明細書で特に好ましい界面活性剤としては、アルキル基に約１１～１４個の炭素原子を含有する直鎖アルキルベンゼンスルホネート、タローアルキルサルフェート、ココナッツアルキルグリセリルエーテルスルホネート、約１４～１６個の炭素原子を含有するオレフィン又はパラフィンスルホネート、アルキル基に約１１～１６個の炭素原子を含有するアルキルジメチルアミンオキシド、アルキル基に約１４～１８個の炭素原子を含有するアルキルジメチルアンモニオプロパンスルホネート及びアルキルジメチルアンモニオヒドロキシプロパンスルホネート、及びこれらの混合物が挙げられる。

【００６１】

本明細書に用いるのに特に好ましい界面活性剤としては、C_{11}～C_{13}アルキルベンゼンスルホン酸トリエタノールアンモニウム、ココナッツアルキルグリセリルエーテルスルホン酸ナトリウム、ココナッツアルキルグリセリルエーテルスルホン酸ナトリウム、C_{12}～C_{13}脂肪酸アルコールと約３モルのエチレンオキシドの縮合生成物、３－（Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ココナッツアルキルアンモニオ）－２－ヒドロキシプロパン－１－スルホネート、３－（Ｎ，Ｎ－ジメチル－Ｎ－ココナッツアルキルアンモニオ）－プロパン

－１－スルホネート、及びこれらの混合物が挙げられる。

【００６２】

非水性界面活性剤

これらの界面活性剤は種々の非イオン性物質を含む。本明細書に使用できる好適な種類の非水性界面活性剤液体には、アルコキシル化アルコール、エチレンオキシド（ＥＯ）－プロピレンオキシド（ＰＯ）ブロックポリマー、ポリヒドロキシ脂肪酸アミド、アルキル多糖類などが挙げられるがこれらに限定されない。

【００６３】

アルコールアルコキシラートは、次の一般式に対応する物質である：

$R^1(C_mH_{2m}O)_nOH$

式中R^1はC_8～C_{16}アルキル基であり、ｍは２～４であり、ｎは約２～１２の範囲である。好ましくは、R^1は、一級又は二級でもよいアルキル基であり、約９～１５の、より好ましくは約１０～１４の炭素原子を含有する。好ましくはまた、アルコキシル化脂肪アルコールも、分子当り約２～１２のエチレンオキシド部分を、好ましくは分子当り約３～１０のエチレンオキシド部分を含有するエトキシ化物質である。

【００６４】

液相において有用なアルコキシル化脂肪アルコール物質は高い頻度で、約３～１７の範囲の親水性－親油性の均衡（ＨＬＢ）を有する。より好ましくはこの物質のＨＬＢは、約６～１５、最も好ましくは約８～１５の範囲である。

【００６５】

本明細書における有用な脂肪アルコールアルコキシラートの例又は組成物の非水性液相として、１２～１５の炭素原子のアルコールから製造され、エチレンオキシド約７モルを含有するものが挙げられる。こうした物質は商品名ネオドール（Neodol）２５－７及びネオドール（Neodol）２３－６．５として、シェル・ケミカル社（Shell Chemical Company）より市販されている。他の有用なネオドール（Neodol）には、ネオドール（Neodol）１－５、アルキル鎖に平均１１の炭素原子と、約５モルのエチレンオキシドを有するエトキシ化脂肪アルコール、ネオドール（Neodol）２３－９、約９モルのエチレンオキシドを有するエトキシ化一級C_{12}～C_{13}アルコール、及びネオドール（Neodol）９１－１０、約１０モルのエチレンオキシドを有するエトキシ化C_9～C_{11}一級アルコールが挙げられる。この種類のアルコールエトキシレートもまた、商品名ドバノール（Dobanol）として、シェル・ケミカル社（Shell Chemical Company）より市販されている。ドバノール（Dobanol）９１－５は、平均５モルのエチレンオキシドを有する、エトキシ化C_9～C_{11}脂肪アルコールであり、ドバノール（Dobanol）２５－７は、脂肪アルコールのモル当り平均７モルのエチレンオキシドを有する、エトキシ化C_{12}～C_{15}脂肪アルコールである。

【００６６】

好適なエトキシ化アルコールの他の例には、テルギトール（Tergitol）１５－Ｓ－７及びテルギトール（Tergitol）１５－Ｓ－９が挙げられ、いずれも直鎖二級アルコールエトキシレートであり、ユニオン・カーバイド社（Union Carbide Corporation）より市販されている。前者は、７モルのエチレンオキシドを有する、C_{11}～C_{15}直鎖二級アルカノールの混合エトキシ化生成物であり、後者は反応した９モルのエチレンオキシドを有するが、同様な生成物である。

【００６７】

本発明の組成物において有用な他の種類のアルコールエトキシレートは、ネオドール（Neodol）４５－１１のような、高分子量の非イオン性物質であり、これは、高級脂肪アルコールの同様なエチレンオキシド縮合生成物であり、１４～１５の炭素原子の高級脂肪アルコールを有し、モル当たりのエチレンオキシド基の数は約１１である。こうした生成物はまた、シェル・ケミカル社（Shell Chemical Company）より市販されている。

【００６８】

本明細書における組成物及び方法の非水性液相の一部としてアルコールアルコキシレー

ト非イオン性界面活性剤を使用する場合、該界面活性剤は好ましくは液相の約１％～６０％の範囲で存在する。より好ましくは、アルコールアルコキシラート成分は、液相に約５％～４０％含まれる。最も好ましくは、アルコールアルコキシラート成分は、液相に約５％～３５％含まれる。液相において、これらの濃度でアルコールアルコキシラートを使用すると、最終組成物中のアルコールアルコキシラート濃度は、組成物の約１重量％～６０重量％、より好ましくは組成物の約２重量％～４０重量％、そして最も好ましくは組成物の約５重量％～２５重量％に相当する。（その他の非イオン性物質は本明細書において類似の濃度で使用される）。

【００６９】

本発明において、使用してもよい別の種類の非水性界面活性剤液体は、エチレンオキシド（ＥＯ）－プロピレンオキシド（ＰＯ）ブロックポリマーである。この種類の物質は周知の非イオン性界面活性剤であり、商品名プルロニック（Pluronic）として市販されている。これらの物質は、エチレンオキシド部分のブロックを、ポリプロピレングリコール鎖の末端部に付加して、結果として生じるブロックポリマーの界面活性を調整することにより形成される。この種のＥＯ－ＰＯブロックポリマー非イオン性物質は、デビッドソン（Davidsohn）及びミルウィドスキー（Milwidsky）著、合成洗剤（Synthetic Detergents）、第７版、ロングマン・サイエンティフィックク・アンド・テクニカル（Longman Scientific and Technical）、（１９８７年）の３４～３６頁及び１８９～１９１頁、並びに米国特許第２，６７４，６１９号及び第２，６７７，７００号により詳細に記載されている。これらのプルロニック型の非イオン性界面活性剤はまた、本明細書における洗剤組成物の液相に分散する、粒子状物質の有効な懸濁剤として機能すると考えられている。

【００７０】

本明細書における組成物において有用な、別の可能な種類の非水性界面活性剤液体は、ポリヒドロキシ脂肪酸アミド界面活性剤を含む。こうした物質には、C_{12}～C_{18}Ｎ－メチルグルカミドが挙げられる。その例は、Ｎ－メチルＮ－１－デオキシグリシチルココアミド、及びＮ－メチルＮ－１－デオキシグリシチルオレアミドである。ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの製造方法は既知であり、例えば、ウィルソン（Wilson）の米国特許第２，９６５，５７６号、及びシュワルツ（Schwartz）の米国特許第２，７０３，７９８号の中に見出すことができる。物質それ自体、及びその調製は、米国特許第５，１７４，９３７号（ホンサ（Honsa）、１９９２年１２月２６日発行）にもさらに詳細に記載されている。

【００７１】

ヒドロトロープ

この節に記載されているヒドロトロープは、本発明に用いられる必須成分である。２つの極性基が少なくとも５個、好ましくは６個の脂肪族炭素原子によって互いに離れているヒドロトロープを乾燥前に水性界面活性剤に添加することは、蒸発器内での乾燥速度を大幅に向上し、凝縮流中の有機物質の量を大幅に減少することが発見された。ヒドロトロープの添加は、降伏点及び粘度を低下することで、乾燥された界面活性剤ペーストのレオロジーを変えることも発見された。ヒドロトロープに包含するのに好適な極性基の例には、ヒドロキシル及びカルボキシルイオンが挙げられる。特に好ましいヒドロトロープは、

１，４－シクロヘキサンジメタノール（ＣＨＤＭ）：$HOCH_2C_6H_{10}CH_2OH$、

１，６－ヘキサンジオール：$HO(CH_2)_6OH$、及び１，７－ヘプタンジオール$HO(CH_2)_7OH$；及び

これらの混合物から成る群から選択される。１，４－シクロヘキサンジメタノールは、そのシス配置、そのトランス配置又はその両方の配置の混合物のいずれで存在してもよい。

【００７２】

（任意の洗剤成分）

非界面活性剤非水性有機溶媒

本明細書の完成した、完全に配合された洗剤組成物の液相は、１つ以上の非界面活性剤

非水性有機溶媒も含んでもよい。本発明の洗剤組成物は、約１５％～約９５％、より好ましくは約３０％～約７０％の、最も好ましくは約４０％～約６０％の有機溶媒を含有する。こうした非界面活性剤非水性液体は、好ましくは低極性のものである。本発明において「低極性」液体とは、本明細書の組成物に用いる好ましい種類の粒子状物質、即ち過酸素漂白剤、過ホウ酸ナトリウム、又は過炭酸ナトリウムを溶解する傾向が、あったとしてもきわめて小さいものである。従って、比較的極性の溶媒、例えばエタノールなどは好ましくは利用されない。本明細書の非水性液体洗剤組成物に有用な好適な種類の低極性溶媒には、アルキレングリコールモノ低級アルキルエーテル、低分子量のポリエチレングリコール、低分子量のメチルエステル及びアミドなどが挙げられる。

【００７３】

本明細書の組成物に用いられる、好ましい種類の非水性、低極性の溶媒は、非近接のＣ$_4$～Ｃ$_8$の分枝鎖又は直鎖アルキレングリコールを含む。この種類の物質には、ヘキシレングリコール（４－メチル－２，４－ペンタンジオール）、１，３－ブチレングリコール、及び１，４－ブチレングリコールが挙げられる。ヘキシレングリコールが最も好ましい。

【００７４】

本明細書に用いられる、別の好ましい種類の非水性、低極性の溶媒は、モノ－、ジ－、トリ－、又はテトラ－Ｃ$_2$～Ｃ$_3$アルキレングリコールモノＣ$_2$～Ｃ$_6$アルキルエーテルを含む。このような化合物の具体例には、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、テトラエチレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、及びジプロピレングリコールモノブチルエーテルが挙げられる。ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、及びブトキシ－プロポキシ－プロパノール（ＢＰＰ）は特に好ましい。この種類の化合物は商品名ドワノール（Dowanol）、カルビトール（Carbitol）、及びセルソルブ（Cellosolve）として市販されている。

【００７５】

本明細書で有用な、別の好ましい種類の非水性、低極性有機溶媒は、低分子量のポリエチレングリコール（ＰＥＧ）を含む。このような物質としては、少なくとも約１５０の分子量を有するものを意味する。約２００～６００の範囲の分子量のＰＥＧが最も好ましい。

【００７６】

なお別の好ましい種類の非極性、非水性溶媒は、より低い分子量のメチルエステルを含む。こうした物質は一般式：Ｒ^1－Ｃ（Ｏ）－ＯＣＨ$_3$のものであり、式中、Ｒ^{1}は、１～約１８の範囲である。好適なより低い分子量メチルエステルの例には、酢酸メチル、メチルプロピオネート、メチルオクタノエート、及びメチルドデカノエートが挙げられる。

【００７７】

使用される非水性の一般に低極性である非界面活性剤の有機溶媒（類）はもちろん、本明細書の液体洗剤組成物において用いられる、他の組成物成分、例えば、漂白剤及び／又は活性化剤と、適合性があり、非反応性であることが必要である。こうした溶媒成分は、好ましくは液相の約１重量％～７０重量％の量で使用される。より好ましくは、非水性、低極性、非界面活性剤の溶媒は、組成物の構造化された液相の約１０重量％～６０重量％、最も好ましくは構造化された液相の約２０重量％～５０重量％を含む。液相においてこれらの濃度で、非界面活性剤の溶媒を使用する場合、全組成物中の非界面活性剤の溶媒の濃度は、組成物の、約１重量％～５０重量％、より好ましくは約５重量％～４０重量％、そして最も好ましくは約１０重量％～３０重量％に相当する。

【００７８】

（その他の任意選択の従来洗剤成分）

上述の好ましい及び／又は望ましい洗剤成分に加えて、本発明の界面活性剤混合物及び／若しくはペースト並びに／又はこうした界面活性剤ペーストで形成された洗剤組成物は、種々のその他の任意選択の洗剤添加剤を含有することができ、好ましくは含有する。こ

のような任意選択の洗剤添加剤は、典型的には乾燥前に希薄水溶液の形態で界面活性剤混合物に添加される。

【００７９】

キレート剤

本発明の界面活性剤混合物及び／又はペーストは、本明細書において、金属イオン、例えば、鉄及び／又はマンガンをキレート化する働きをするキレート剤も含有してもよい。好ましくは、本発明の無水界面活性剤ペーストを用いて製造された洗剤製品は、約０．１重量％～約１０重量％、より好ましくは約０．５重量％～約５重量％、最も好ましくは約１重量％～約３重量％のキレート剤を含有する。こうしたキレート剤は従って、組成物中の金属不純物と共に錯体を形成する働きをするが、それとは別に、過酸素漂白剤のような組成物成分を非活性化する傾向がある。有用なキレート剤には、アミノカルボキシレート、ホスホネート、アミノホスホネート、多官能置換された芳香族キレート剤、及びこれらの混合物が挙げられる。その他の好適なキレート剤は、米国特許第５，７１２，２４２号（オウアッド（Aouad）ら、１９９８年１月２７日発行）に開示されている。

【００８０】

任意選択のキレート剤として有用なアミノカルボキシレートには、エチレンジアミンテトラアセテート、Ｎ－ヒドロキシエチル－エチレンジアミントリアセテート、ニトリロトリアセテート、エチレン－ジアミンテトラプロピオナート、トリエチレンテトラアミンヘキサアセテート、ジエチレントリアミンペンタアセテート、エチレンジアミンジスクシナート、及びエタノールジグリシンが挙げられる。これらの物質のアルカリ金属塩が好ましい。

【００８１】

洗剤組成物において少なくとも低濃度の総リンが許容される場合、アミノホスホネートはまた本発明の組成物におけるキレート剤として用いるのに好適であり、エチレンジアミンテトラキス（メチレンホスホネート）がデクエスト（DEQUEST）として挙げられる。好ましくは、これらのアミノホスホネートは、約６個を超える炭素原子のアルキル基又はアルケニル基を含有しない。

【００８２】

好ましいキレート剤には、ヒドロキシ－エチルニホスホン酸（ＨＥＤＰ）、ジエチレントリアミン五酢酸（ＤＴＰＡ）、エチレンジアミン二コハク酸（ＥＤＤＳ）、及び二ピコリン酸（ＤＰＡ）、及びそれらの塩が挙げられる。キレート剤は、もちろんまた、本明細書の組成物を布地の洗浄／漂白に使用する間に、洗剤ビルダーとして作用してもよい。キレート剤を使用する場合、キレート剤は本明細書の組成物の約０．１重量％～４重量％含まれることができる。より好ましくは、キレート剤は、本明細書の洗剤組成物の約０．２重量％～２重量％含まれる。

【００８３】

有機洗剤ビルダー

こうした物質の例には、アルカリ金属、クエン酸塩、コハク酸塩、マロン酸塩、脂肪酸、カルボキシメチルコハク酸塩、カルボン酸塩、ポリカルボン酸塩、及びポリアセチルカルボン酸塩が挙げられる。具体的な例には、オキシジコハク酸、メリト酸、ベンゼンポリカルボン酸、及びクエン酸のナトリウム、カリウム、及びリチウム塩が挙げられる。クエン酸塩は、極めて好ましい。

【００８４】

他の好適な有機ビルダーには、より高分子量のポリマー及びビルダーの特性を有することが既知であるコポリマーが挙げられる。例えば、こうした物質は、適切なポリアクリル酸、ポリマレイン酸、及びポリアクリル／ポリマレイン酸コポリマー、及びその塩であって、バスフ（BASF）より、ソカラン（Sokalan（商標））として販売されているものが挙げられ、これは約５，０００～１００，０００の範囲の分子量を有する。（本明細書で用いられるポリマーの分子量は、質量分析で測定できる）。

【００８５】

別の好適な種類の有機ビルダーは高級脂肪酸の水溶性塩、即ち「石鹸」を含む。これらには、アルカリ金属石鹸、例えば、約８～約２４の炭素原子、及び好ましくは約１２～約１８個の炭素原子を含有する高級脂肪酸のナトリウム、カリウム、アンモニウム、及びアルキロールアンモニウム塩が挙げられる。石鹸は、脂肪及び油の直接けん化により、又は遊離脂肪酸の中和により製造される。特に有用なのは、ココナツ油及びタローから得られる、脂肪酸混合物のナトリウム及びカリウム塩、即ちナトリウム又はカリウムタロー及びココナツ石鹸である。

【００８６】

有機洗剤ビルダーは、一般に本明細書の組成物の２重量％～２０重量％含まれることができる。より好ましくは、こうしたビルダー物質は、組成物の約４重量％～１０重量％含まれることができる。

【００８７】

無機洗剤ビルダー

こうした任意の無機ビルダーは、例えば、ゼオライトのような、アルミノ珪酸塩を含むことができる。アルミノ珪酸塩ゼオライト、及び洗剤ビルダーとしてのその使用については、コーキル（Corkill）らの米国特許第４，６０５，５０９号（１９８６年８月１２日発行）により詳しく論じられている。また、この第４，６０５，５０９号の米国特許において論じられているような結晶性層状珪酸塩も、本明細書の洗剤組成物に使用するのにまた好適である。任意選択の無機洗剤ビルダーは、使用される場合は、本明細書の組成物の２重量％～４０重量％含まれることができる。

【００８８】

デンプン及び／又はコポリマー

本発明に有用なポリマー及びコポリマーは、広範な有機ポリマーから選択してもよく、その一部は洗浄力を向上するためのビルダーとしても機能してもよい。このようなポリマーとしては、上記のカルボキシ－低級アルキルセルロースナトリウム、低級アルキルセルロースナトリウム、及びヒドロキシ－低級アルキルセルロースナトリウム、例えばカルボキシメチルセルロースナトリウム、メチルセルロースナトリウム及びヒドロキシプロピルセルロースナトリウム、ポリビニルアルコール（しばしば一部のポリビニルアセテートを含有する）、ポリアクリルアミド、ポリアクリレート、ポリアスパルテート、ポリビニルピロリドン並びにマレイン酸及びアクリル酸のコポリマーのような種々のコポリマーが挙げられる。このようなポリマーの分子量は幅広く変動するが、大部分は２，０００～１００，０００の範囲内にある。使用濃度は一般に０．１％～１０％である。

【００８９】

高分子ポリカルボキシレートビルダーは、米国特許第３，３０８，０６７号（ディール（Diehl）、１９６７年３月７日発行）に記載されている。こうした物質には、マレイン酸、イタコン酸、メサコン酸、フマル酸、アコニット酸、シトラコン酸、及びメチレンマロン酸のような脂肪族カルボン酸の、ホモ－及びコポリマーの水溶性塩が挙げられる。

【００９０】

本発明で用いるのに最も好ましいのは、分子量２０００～１００，０００のマレイン酸及びアクリル酸のコポリマー、カルボキシメチルセルロース、及びこれらの混合物である。ポリマー又はコポリマーの水溶液の濃度は、本発明において重要ではない。しかし、商業的に容易に入手可能な溶液を使用するのが簡便である。

【００９１】

無水の粒塊が望ましい場合に本発明の方法に特に有用な別の好適なポリマーの分類は、無水液体ポリマー、好ましくは陽イオン性無水液体ポリマーである。約５％～６０％のポリマー又はコポリマー濃度を有する溶液が適している。

【００９２】

任意選択の光沢剤、泡抑制剤、及び／又は染料

従来の光沢剤、泡抑制剤、漂白剤、漂白活性化剤、漂白触媒、染料及び／又は香料材料を、本発明の界面活性剤混合物及び／又はペースト及び／又は洗剤製品に含んでもよいこ

のような成分は、非水性環境において他の組成物成分と相溶性及び非反応性でなければならない。存在する場合、このような成分は一般的に本明細書の組成物の約０．０００１重量％～８重量％含まれる。エトキシ化された四級粘土柔軟剤も使用できる。

【００９３】

以下の実施例は本発明を例示するものであり、その範囲を制限又は定義することを意図するものではない。本明細書で用いる全ての百分率、割合及び比は、特に明記しない限り、組成物の重量パーセントで表される。すべての実施例で、残留水分の測定にカールフィッシャー（Karl Fischer）分析を使用する。ＴＡインスツルメンツ（TA Instruments）（米国デラウエア州）が供給する回転レオメータのカリーメッド（Cari-med）がレオロジーの測定に使用される。凝縮蒸気の有機分の測定にはガスクロマトグラフィーを使用する。

【００９４】

実施例１は、ヒドロトロープが存在しないことで、凝縮流中の有機分が高い、加工しにくい物質が生じることを示す比較例である。実施例２は、ヒドロトロープの添加が加工性を大幅に改善すると同時に凝縮流の有機分を有機物回収が必要ないレベルまで減少することを示す。

【実施例】

【００９５】

（実施例１）

この方法は、２つの主要工程を含む。第一の工程で、水溶液の形態の原料を、一般的なバッチサイズの４５０ｋｇ（１０００ｌｂ）で組み合わせる。第二の工程で、水性原料から水を除去する。混合工程では、室温で、［Ｓ，Ｓ］－エチレンジアミノ－Ｎ－Ｎ’－二コハク酸のナトリウム塩（ＮａＥＤＤＳ）キレート剤の有効分３７％水溶液を、直鎖アルキルベンゼンスルホネート（ＬＡＳ）のナトリウム塩の有効分５０％水溶液に加える。ＮａＥＤＤＳキレート剤は、最小限で全ＮａＥＤＤＳの９９％のＳ，Ｓ異性体及び最小限で全アミノ酸種の９５％のＳ，Ｓ異性体を含有する。該溶液を、均一に見えるまで混合する。次に、エトキシ化アルコール、ネオドール（Neodol）２３－２５を少なくとも９９％の純度で、その他の構成成分に室温で添加し、すべての構成成分を、混合物が均一に見えるまで混合する。得られる水溶液の処方の詳細を以下に要約する。

【表２】

（表１）：水溶液の組成

構成成分	LAS溶液	NaEDDS溶液	ネオドール(Neodol)23－25
水溶液の有効分(%)	50	37	100
添加した水溶液中の量(kg(lb))	309(681)	41.7(91.9)	103(227)
ドライベースでの量(%)	56.6	5.66	37.74

５０ｄｍ^2（５．４ｆｔ^2）のスチームジャケット付攪拌式薄膜蒸発器内で、水性混合物から水が除去される。約３９％の水を含有する水性混合物は、温度１６０℃及び圧力１６８ｍｍＨｇで運転する蒸発器に、室温及び２５ｋｇ／時の流量でポンプ移送される。蒸発器を出る製品は、温度１２４．５℃で水分含有量が０．７１％である。該物質は加工しにくく、ＡＴＦＥを出る製品は取扱いにくい。そのレオロジーは、降伏点が約２００Ｐａ（パスカル）のずり減粘ニュートン流体として特徴づけられる。凝縮流の有機物の量は、約７％である。

【００９６】

（実施例２）

この方法は、２つの主要工程を含む。第一の（混合）工程で、水溶液の形態の原料を、一般的なバッチサイズの４５０ｋｇ（１０００ｌｂ）で組み合わせる。第二の工程で、水性原料から水を除去する。混合工程では、室温で、［Ｓ，Ｓ］－エチレンジアミノ－Ｎ－Ｎ’－二コハク酸のナトリウム塩（ＮａＥＤＤＳ）キレート剤の有効分３７％水溶液を、直鎖アルキルベンゼンスルホネート（ＬＡＳ）のナトリウム塩の有効分５０％水溶液に加える。ＮａＥＤＤＳキレート剤は、最小限で全ＮａＥＤＤＳの９９％のＳ，Ｓ異性体及び最小限で全アミノ酸種の９５％のＳ，Ｓ異性体を含有する。該溶液を、均一に見えるまで

混合する。次に、ＣＨＤＭを、少なくとも９９％の純度で、得られた溶液に添加し、均一に見えるまで混合する。次に、エトキシ化アルコール、ネオドール（Neodol）２３－２５を少なくとも９９％の純度で、その他の構成成分に室温で添加し、すべての構成成分を、混合物が均一に見えるまで混合する。得られる水溶液の処方の詳細を以下に要約する。

【表３】

（表２）：水溶液の組成

構成成分	LAS溶液	NaEDDS溶液	CHDM	ネオドール(Neodol)23－25
水溶液の有効分(%)	50	37	100	100
添加した水溶液の量(kg(lb))	266(586.5)	30.1(67.9)	109.2(240.9)	47.5(104.7)
ドライベースでの量(%)	44.16	3.79	36.28	15.77

５０ｄｍ^2（５．４ｆｔ^2）のスチームジャケット付攪拌式薄膜蒸発器内で、水性混合物から水が除去される。約３２％の水を含有する水溶液は、温度１６０℃及び圧力１６８ｍｍＨｇで運転する蒸発器に、室温及び１００ｋｇ／時の流量でポンプ移送される。蒸発器を出る製品は、温度１００℃で水分含有量が０．４５％である。続いて、製品は平板熱交換器内で４０℃に冷却される。凝縮流中の有機物の量は０．５％未満である。ＡＴＦＥを出る製品は、降伏点が約１０Ｐａのずり減粘ニュートン流体として特徴づけられる。

【００９７】

（実施例３～５）

次の実施例３～５では、Ｃ$_{11}$～Ｃ$_{13}$アルキルベンゼンを硫酸化して、完全性及び酸価がそれぞれ９７及び１７２．１４である酸の形の直鎖アルキルベンゼンスルホネート（「ＨＬＡＳ」）を製造する。前記酸は、ケミソンコーポレーション（Chemithon Corporation）（米国ワシントン州シアトル）から入手できる中和ループのような連続中和システムで、キレート剤及び溶媒／キャリアとして作用する無水液体界面活性剤の存在下で中和される。ループを出る混合物は、その後、ＬＣＩコーポレーション（LCI Corporation）（米国ノースカロライナ州シャーロット）が供給するもののような攪拌式薄膜蒸発器（「ＡＴＦＥ」）で乾燥される。

【００９８】

（実施例３）：ＨＬＡＳをＮａＯＨの５０％溶液で中和しながら、［Ｓ，Ｓ］－エチレンジアミノ－Ｎ－Ｎ’－二コハク酸のナトリウム塩（「ＮａＥＤＤＳ」）の３７％溶液、ＣＨＤＭ、及びネオドール（Neodol）２３－２５を共添加する。中和ループに入るすべての構成成分の総流量は、室温で１．２３８ｋｇ／分である。中和の温度は約７３℃であるが、ループを出る混合物の温度は約７１℃である。

【表４】

（表３）：水溶液の組成

構成成分	LAS溶液	NaEDDS溶液	CHDM	ネオドール(Neodol)23－25
水溶液の有効分(%)	50	37	100	100
添加した水溶液の量(kg(lb))	307.9(678.9)	35.7(78.6)	55(121.2)	55(121.2)
ドライベースでの量(%)	44.16	3.79	36.28	15.77

続いて、約１５％の水を含有する混合物を、１６０℃及び１０５ｍｍＨｇで運転する５０ｄｍ^2（５．４ｆｔ^2）スチームジャケット付ＡＴＦＥに、室温及び流量１０７ｋｇ／時で連続的に供給する。得られる乾燥物質は、０．４１％の水を含有する。蒸発水中の有機物の量は２％未満である。降伏点は２００Ｐａ未満である。

【００９９】

（実施例４）：ＨＬＡＳをＮａＯＨの５０％溶液で中和しながら、［Ｓ，Ｓ］－エチレンジアミノ－Ｎ－Ｎ’－二コハク酸のナトリウム塩（「ＮａＥＤＤＳ」）の３７％溶液、ＣＨＤＭ、及びネオドール（Neodol）２３－２５を共添加する。中和ループに入るすべての構成成分の総流量は、室温で１．５０４ｋｇ／分である。中和の温度は５３．３℃であるが、ループを出る混合物の温度は５０．５℃である。

【表５】

（表４）：水溶液の組成

構成成分	LAS溶液	NaEDDS溶液	ネオドール(Neodol)23－25	CHDM
水溶液の有効分(%)	50	37	100	100
添加した水溶液の量(kg(lb))	266(586.5)	30.1(67.9)	109.2(240.9)	47.5(104.7)
ドライベースでの量(%)	44.16	3.79	36.28	15.77

続いて、約１４％の水を含有する混合物を、１６０℃及び１００ｍｍＨｇで運転する５０ｄｍ^2（５．４ｆｔ^2）スチームジャケット付ＡＴＦＥに、室温及び流量２１２ｋｇ／時で連続的に供給する。得られる乾燥物質は、０．３７％の水を含有する。蒸発水中の有機物の量は１．５％未満である。降伏点は２００Ｐａ未満である。

【０１００】

（実施例５）

実施例２、３、又は４のいずれかから得られた冷却及び乾燥された物質を、スタティックミキサによりバッチ式又は連続式インラインで、ダウケミカル（Dow Chemical）（米国ミシガン州ミッドランド）製の有機溶媒ｎ－ブトキシプロポキシプロパノール（「ｎ－ＢＰＰ」）とさらに混合する。ＢＰＰは、降伏点を排除及び粘度を低下するために共溶媒及び／又は共キャリアとして使用される。これは、乾燥された物質の取扱い及び輸送を改善する。

【０１０１】

（実施例６）

実施例２で作製されたペーストを、本発明に従って調製された次の非水性液体洗剤の組成物全体を得るための一構成成分として添加することができ、これはＢＰＰをキャリア液体として使用する。

【表６】

構成成分	重量％
Na LAS	15.33
非イオン性界面活性剤[1]	20.4
n－BPP	17.55
ヒドロトロープ[2]	4.74
クエン酸Na二水和物	3.66
ホスフェート[3]	2.85
Na_3EDDS	1.15
エトキシ化四級アミン粘土物質	1.23
過ホウ酸Na	11.38
漂白活性化剤	5.69
炭酸Na	9.49
プロテアーゼ	0.81
アミラーゼ	0.76
ケアザイム（Carezyme）	0.03
Qーセル300ミクロスフェア	0.95
シリコーン消泡剤	1.02
脂肪酸[4]	0.47
TiO_2	0.47
光沢剤	0.19
PEG8000	0.38
硫酸ナトリウム	0.43
H_2O	0.20
その他～100％	0.82
合計	100％

１：ネオドール（Neodol（商標））２３－５

２：１，４－シクロヘキサンジメタノール

３：ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）

４：水素添加されたＣ１４－Ｃ１８脂肪酸のナトリウム塩

以上からわかるように、本発明は実質的に無水の界面活性剤混合物を製造するための以上の方法と比べて数点の長所を提供する：

１．）乾燥による凝縮相の有機物が大幅に減少する；

２．）共沸混合物（aseotrope）の排除により、有機溶媒回収工程が実質的に削減又は排除される；

３．）該方法は、陰イオン性／非イオン性界面活性剤の組み合わせが、有機溶媒を添加する必要なく調製できる；

４．）該方法で使用される物質は、完成した、非水性液体洗剤製品の一部であってもよい。

【０１０２】

本発明について好ましい実施形態及び実施例を参照して詳細に記載したが、本発明の範囲内から逸脱することなく、種々の変更及び修正をし得ることは当業者にとって明白であり、本発明は本明細書に記載されているものに制限されるとみなされるべきではない。

フロントページの続き

(72)発明者　ユーセフ、ジョージズ、オウァード
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、グランド、ビスタ、アベニュ、６３９４
(72)発明者　クリストファー、ジョン、リーンハート
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、セント、マーチンス、プレイス、３５３５

審査官　門前　浩一

(56)参考文献　国際公開第０１／０１０９９３（WO，Ａ１）
特表平１１－５０８３００（ＪＰ，Ａ）
国際公開第０１／００９２７３（WO，Ａ１）
特表平１１－５１４０２８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C11D 1/00 - 19/00