

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **88102884.9**

51 Int. Cl.4: **C11D 17/00 , C11D 1/37 ,  
C11D 3/20**

22 Anmeldetag: **26.02.88**

30 Priorität: **05.03.87 DE 3707035**

71 Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf  
Aktien**  
**Postfach 1100 Henkelstrasse 67**  
**D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)**

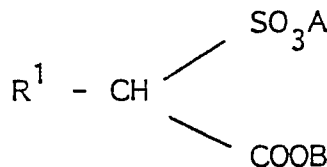
43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**07.09.88 Patentblatt 88/36**

84 Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI NL SE**

72 Erfinder: **Wegener, Ingo**  
**Am Falder 20**  
**D-4000 Düsseldorf 13(DE)**  
 Erfinder: **Giesen, Brigitte**  
**Böcklinstrasse 2**  
**D-4000 Düsseldorf-Grafenberg(DE)**  
 Erfinder: **Meffert, Alfred, Dr.**  
**Marie-Curie-Strasse 10**  
**D-4019 Monheim(DE)**  
 Erfinder: **Werner, Claus, Dr.**  
**Kaarster Strasse 127**  
**D-4040 Neuss 1(DE)**  
 Erfinder: **Hennen, Udo**  
**Im Paradies 21**  
**D-4150 Krefeld 29(DE)**  
 Erfinder: **Hormes, Mariene**  
**Braunsweg 28**  
**D-4150 Krefeld(DE)**

54 **Geformte Reinigungsmittel.**

57 Geformte Reinigungsmittel, z. B. Stückseifen, mit einem Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% eines Natrium-C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylsulfats enthalten zur Verbesserung der Formbarkeit und der Anwendungseigenschaften 5 bis 25 Gew.-% eines C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohols, 5 bis 25 Gew.-% Palmitin-und/oder Stearinsäure, ggf. teilweise verseift, und 1 bis 30 Gew.-% eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes der Formel



in der R<sup>1</sup> eine C<sub>9</sub>-C<sub>21</sub>-Alkylgruppe, A ein Alkali-, Ammonium-oder Alkanolammonium-Kation und B Wasserstoff ist oder eine der Bedeutungen von A hat.

**EP 0 281 028 A2**

"Geformte Reinigungsmittel"

Gegenstand der Erfindung sind geformte Reinigungsmittel auf Basis von Fettalkoholsulfaten mit einer verbesserten Formbarkeit und Oberflächenglätte.

Es ist bekannt, Fettalkoholsulfate ähnlich wie Seifen auf Fettsäurebasis durch Kneten, Pürieren, Strangpressen, Extrudieren, Schneiden und Stückpressen in eine geeignete Form für den Transport und für die Anwendung zu bringen. Auf diese Weise lassen sich Nadeln, Granulate, Nudeln, Riegel und handliche Stücke erzeugen. Die geringe Plastizität der Fettalkoholsulfate bedingt erhebliche Probleme bei der Verarbeitung zu geformten Produkten und es ist bekannt, daß man zur Verbesserung der Verarbeitungs- und Anwendungseigenschaften dem Fettalkoholsulfat weitere Tensidkomponenten, Plastifikatoren, Bindemittel, Füllstoffe und weitere Additive zusetzt. Eine Übersicht über bekannte Zusatzstoffe für synthetische Stückseifen ist in JAOCS, Vol. 59, No. 10 (Oktober 1982), Seiten 442 bis 448 veröffentlicht.

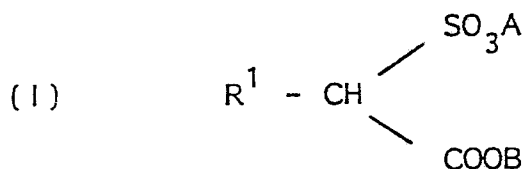
Syndet-Seifenmassen auf Basis von Fettalkoholsulfaten, die als Plastifikatoren und Bindemittel Fettalkohole mit 12 bis 18 C-Atomen oder Fettsäuren bzw. teilverseifte Fettsäuren enthalten, sind bereits seit langem bekannt und auf dem Markt.

Es ist auch bekannt, Alpha-Sulfofettsäure-Salze als Komponenten von geformten Reinigungsmitteln auf Basis von synthetischen Waschrohstoffen zu verwenden. Aus DE-AS 12 31 376 war der Zusatz von Dialkalisalzen von Alpha-Sulfofettsäuren mit 12 bis 18 C-Atomen zu Reinigungsmittelstücken auf Basis von Alkali-acylisäthionaten bekannt. In DE-AS 16 17 220 wird der Zusatz von Alpha-Sulfofettsäure-Alkalisalzen zu synthetischen Detergensstücken auf Basis von Alpha-Olefinulfonaten beschrieben. Aus DE-OS 24 03 895 war die Verwendung von Alpha-Sulfofettsäure(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-Alkalisalzen als Tensidgrundlage für schwach saure Syndet-Toiletteseifen bekannt. In US 2,915,473 wird eine Kombination von 35 bis 45 Gew.-% Talgalkoholsulfat und 55 bis 65 Gew.-% Alpha-Sulfotalgfettsäure als Grundlage für Detergensstücke vorgeschlagen. In US-PS 3,503,888 schließlich wird Alpha-Sulfopalmitinsäure-Natriumsalz als Kalkseifendispergator in Detergensstücken auf Basis von Kokosfettsäure-phenolestersulfonaten und Kokosfettsäureseife vorgeschlagen.

Die vorliegende Erfindung beruht auf der Beobachtung, daß sich die Formbarkeit und Glätte von geformten Reinigungsmitteln auf Basis von Natriumalkylsulfat, die als Plastifikatoren und Bindemittel Fettalkohole und Fettsäuren enthalten, durch Zusatz eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes in relativ geringen Mengen merklich verbessern läßt. Gleichzeitig zeigten solche Reinigungsmittel bei der Anwendung ein verbessertes Hautgefühl. Auf der Grundlage dieser Beobachtung konnten die Mengenverhältnisse der Komponenten ermittelt werden, die bezüglich Herstellbarkeit, Festigkeit und Anwendungseigenschaften besonders günstige, geformte Reinigungsmittelzusammensetzung ergeben.

Gegenstand der Erfindung sind geformte Reinigungsmittel mit einem Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% eines Natrium-alkylsulfats mit 12 bis 18 C-Atomen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß zur Verbesserung der Formbarkeit und der Anwendungseigenschaften

- 5 bis 25 Gew.-% eines Fettalkohols mit 12 bis 18 C-Atomen,
- 5 bis 25 Gew.-% Palmitin-und/oder Stearinsäure, gegebenenfalls in teilweise verseiften Form und
- 1 bis 30 Gew.-% eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes der Formel I



in der R<sup>1</sup> eine lineare Alkylgruppe mit 9 bis 21 C-Atomen, A ein Alkali-, Ammonium- oder ein Mono-, Di- oder Trialkanolammoniumion mit 2 oder 3 C-Atomen in der Alkanolgruppe und B Wasserstoff ist oder eine der Bedeutungen von A hat, enthalten ist.

Das Natrium-alkylsulfat wird in wasserfreier oder wasserarmer Form, z. B. als sprühgetrocknetes Pulver, als Granulat, in Form von Nadeln oder Nudeln oder in umkristallisierter Form eingesetzt. Es können einheitliche Natrium-alkylsulfate, z. B. Na-laurylsulfat oder Na-Cetylsulfat als Homologengemische eingesetzt werden. Bevorzugt werden Natriumalkylsulfate auf Basis von linearen Fettalkoholen und Fettalkoholfractionen eingesetzt, die durch Hydrierung pflanzlicher oder tierischer Fettsäurefraktionen erhalten werden, z. B. Natrium-kokosfettalkohol(C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>)-sulfat oder Natrium-talgalkohol(C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>)-sulfat.

Auch die Fettalkohole mit 12 bis 18 C-Atomen können als einheitliche Alkohole oder als Homologengemische eingesetzt werden, z. B. in der Zusammensetzung wie sie durch Hydrierung pflanzlicher oder tierische Fettsäurefraktionen gewonnen werden, z. B. Kokosfettalkohol C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> oder Talgalkohol. Bevorzugt eignen sich gesättigte Fettalkohole mit 16 bis 18 C-Atomen, z. B. Cetyl-Stearylalkoholfractionen.

Die Palmitinsäure und Stearinsäure können in reiner Form oder als Gemisch eingesetzt werden. Obwohl eine Verseifung an sich nicht erforderlich ist, kann es nützlich sein, zur Verhinderung der Zersetzung des Alkylsulfats beim Mischen der Komponenten im Knetter unter erhöhter Temperatur eine geringe Menge eines Alkalihydroxids einzusetzen. Dabei kann ein geringer Teil der Palmitin-und/oder Stearinsäure verseift werden. Es sollte aber dafür Sorge getragen werden, daß nicht mehr als 50 % der Fettsäure verseift wird.

Alpha-Sulfofettsäuresalze der Formel I sind literaturbekannt. Die Herstellung von Alpha-Sulfopalmitinsäure-di-natriumsalz und dessen Homologen aus Laurin-, Myristin-und Stearinsäure sowie deren Eigenschaften sind z. B. in J. Am. Oil Chem. Soc., May 1952, Seiten 198 bis 201 beschrieben. Auf analoge Weise lassen sich auch andere Alpha-Sulfofettsäure-Salze der Formel I, z. B. die Ammonium-und Alkanolammonium-Salze, herstellen, wenn man zur Neutralisation die entsprechenden Basen verwendet. Geeignete Alkanolamine sind z. B. Mono-, Di-und Triethanolamin oder Mono-, Di-oder Triisopropanolamin. Auch die Herstellung gemischter Salze, z. B. der Natrium-Triethanolammonium-Mischsalze kann analog erfolgen, indem man die Neutralisation mit 1 Mol Natriumhydroxid und 1 Mol Triethanolamin pro Mol Alpha-Sulfofettsäure durchführt. Auch "saure" Salze der Alpha-Sulfofettsäuren sind durch Neutralisation mit nur 1 Mol der Base herstellbar.

Neben den genannten obligatorischen Komponenten können die erfindungsgemäßen geformten Reinigungsmittel weitere geeignete Tenside enthalten. Eine bevorzugte Stellung nehmen dabei die Sulfobernsteinsäure-monoalkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-ester-dinatriumsalze ein. Diese können in Mengen bis zu 35 Gew.-%, bevorzugt in Mengen von 5 bis 25 Gew.-% enthalten sein. Die Sulfobernsteinsäuremonoalkylester werden nach bekannten Verfahren dadurch hergestellt, daß man Maleinsäureanhydrid mit einem Fettalkohol mit 8 bis 18 C-Atomen zum Maleinsäure-monoester des Fettalkohols umsetzt und diesen mit Natriumsulfit zum Sulfobernsteinsäureester sulfitiert.

Weitere bekannte Tenside und Hilfsmittel können in Mengen bis zu 20 Gew.-% enthalten sein. Solche gegebenenfalls enthaltenen Tenside und Hilfsmittel, die sich zum Einsatz in die erfindungsgemäß geformten Reinigungsmittel besonders eignen, sind z. B.

-anionische Tenside, z. B. Alpha-Olefinulfonate mit 15 bis 18 C-Atomen, Acylsarkosine, Acylisethionate und Acyltaurine mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Acylgruppe, Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-phosphate und Acylcyanamide mit 8 bis 18 C-Atomen in der Acylgruppe,

-nichtionogene Tenside, z. B. Fettsäuremono-und diglyceride, Sorbitanfettsäureester, Fettsäurealkanolamide und Ethylenoxidanlagerungsprodukte an diese Verbindungen, weiterhin Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid-und/oder Propylenoxid an Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettamine, an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe. Weitere geeignete nichtionische Tenside sind Zucker-Fettsäureester, Alkylglucoside und Alkyloligoglucoside mit 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe und Methylglucosid-Fettsäure-Partialester sowie deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,

-ampholytische Tenside, z. B. 2-Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-aminopropionsäure, Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-aminoessigsäure,

-zwitterionische Tenside wie z. B. N-Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-dimethylammonio-glycinat, Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-aminopropyl-dimethylammonio-glycinat, Alkyl(C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>)-3-carboxymethyl-3-hydroxyethyl-imidazolol,

-organische Füll-und Hilfsstoffe wie z. B. Stärke, Dextrin, Carboxymethylcellulose, Sorbit, Mannit, Harnstoff, Proteine und Proteinhydrolysate, Polyethylenglykole, Paraffin,

-anorganische Füll-und Hilfsstoffe wie z. B. Natriumsulfat, Natriumhydrogenphosphat, Natriumhydrogencarbonat, Schichtsilikate (z. B. Bentonit, Montmorillonit), Zeolithe (z. B. Zeolith A), Wasserglas,

-Komplexbildner,

-antimikrobielle Stoffe, Konservierungsmittel,

-Farbstoffe,

-Trübungs-und Mattierungsmittel, z. B. Pigmente wie Titandioxid,

-Duftstoffe.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform enthalten die erfindungsgemäß geformten Reinigungsmittel

40 bis 60 Gew.-% Alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>)-sulfat, Natriumsalz

10 bis 20 Gew.-% Cetyl und/oder Stearylalkohol

10 bis 20 Gew.-% einer gegebenenfalls teilweise verseiften Palmitin-und/oder Stearinsäure

5 bis 20 Gew.-% eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes der Formel I und

0 bis 20 Gew.-% weiterer bekannter Tenside und Hilfsmittel.

Die Herstellung der erfindungsgemäß geformten Reinigungsmittel kann in der für solche Produkte üblichen Weise erfolgen, wobei durch die erfindungsgemäße Kombination von Zusätzen eine besonders gut formbare, in der Wärme plastische und nach dem Erkalten harte Masse entsteht und wobei die geformten Produkte eine glatte Oberfläche aufweisen. Übliche Verfahren zum Mischen bzw. Homogenisieren, Kneten, gegebenenfalls Pillieren, Strangpressen, gegebenenfalls Pelletieren, Extrudieren, Schneiden und Stückpressen, wie sie in der bereits oben zitierten Publikation in JAOCs, Vol. 59, No. 10 (Oktober 1982) beschrieben sind, können für die Herstellung der erfindungsgemäß geformten Reinigungsmittel verwendet werden. Für die Herstellung von handlichen Syndet-Seifenstücken hat sich die folgende Verfahrensweise besonders bewährt:

Die schmelzbaren Komponenten, z. B. der Fettalkohol, die Palmitin-und/oder Stearinsäure und gegebenenfalls nichtionogene Tenside oder schmelzbare organische Füll- und Hilfsstoffe werden bei Temperaturen von 60 bis 90 °C in einem heizbaren Knetter oder Mischer aufgeschmolzen und gegebenenfalls nach Zusatz einer geringen Menge einer Alkalihydroxidlösung gemischt. Dann erfolgt die Zugabe des Natriumalkylsulfats und gegebenenfalls anderer bei 60 bis 90 °C nicht schmelzbarer Komponenten und einer Wassermenge, die den Gesamtwassergehalt des Ansatzes auf etwa 5 bis 15 Gew.-% H<sub>2</sub>O einstellt, sowie eine Vermischung oder Verknetung des Ansatzes bei einer Temperatur von ca. 40 bis 70 °C. Eine weitere Homogenisierung läßt sich dadurch erreichen, daß die Masse bei 40 bis 70 °C mehrfach durch Siebe gepreßt und schließlich bei einer Kopftemperatur von 40 bis 70 °C zu einem Strang verpreßt wird, der zu gleichmäßigen Stücken geschnitten wird. Die Stücke können schließlich in einer Formpresse in eine endgültige Form gebracht werden. Anstelle der Strangpresse kann auch eine Extrusion durch eine Lochplatte erfolgen, wobei die erfindungsgemäßen Reinigungsmittel nach dem Erkalten in Form von Nadeln oder, wenn der Lochplatte Messer nachgeschaltet sind, in Form von Granulaten erhalten werden.

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn hierauf zu beschränken.

### B e i s p i e l e

| Zusammensetzung   | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   |
|---|-----|-----|-----|-----|-----|
| Cetyl-Stearylalkohol (50:50)  | 10  | 10  | 12  | 20  | 15  |
| Palmitin-Stearinsäure (50:50)   | 15  | 15  | 15  | 10  | 10  |
| KOH (33 Gew.-% in H <sub>2</sub> O)   | 1   | 1   | 1   | 0,6 | 0,6 |
| Kokosfettalkohol(C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> )-sulfat-Na-Salz                  | 57  | 32  | 53  | 42  | 35  |
| Sulfobernsteinsäuremonoalkyl-(C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> )-esterdinatriumsalz | 5   | 25  | -   | 3   | 15  |
| Alpha-Sulfolaurinsäure-dinatriumsalz  | 2   | 7   | -   | -   | -   |
| Alpha-Sulfolaurin-/myristinsäure-dinatriumsalz                                      | -   | -   | 10  | 15  | 15  |
| Hydrotalgalkoholoxethylat (14 EO)   | 1   | 1   | 2   | -   | -   |
| Wasser  | ad  | ad  | ad  | ad  | ad  |
|   | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Herstellung

Cetyl-Stearylalkohol, Palmitin-Stearinsäure und gegebenenfalls Hydrotalgalkoholoxethylat wurden in einem Knetzer bei 70 °C geschmolzen. Dann wurde die auf 60 °C erwärmte KOH-Lösung zugegeben und 30 Minuten geknetet. Dann wurden das Fettalkoholsulfat, das Sulfobernsteinsäureestersalz, das Alpha-Sulfofettsäure-Salz und das Wasser zugesetzt. Nach ca. 1 Stunde weiteren Knetens wurde der Wassergehalt einer Probe bestimmt und durch weitere Wasserzugabe ein Gesamt-Wassergehalt von 11 Gew.-% eingestellt und noch weitere 30 Minuten geknetet. Nach Abkühlung der Masse auf 45 °C wurde diese in eine Doppelschnecken-Strangpresse überführt, pelletiert, zweimal durch ein 0,25-mm-Sieb gedrückt, extrudiert und bei einer Kopftemperatur von 50 °C zum Strang verpreßt, in Stücke geschnitten und in einer Formpresse zur fertigen Stückseife verarbeitet. Es wurden glatte, feste Syndet-Seifenstücke erhalten.

**Ansprüche**

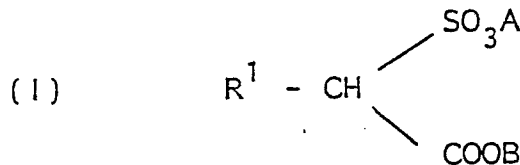
15

1. Geformte Reinigungsmittel mit einem Gehalt von 30 bis 70 Gew.-% eines Natrium-alkylsulfats mit 12 bis 18 C-Atomen, dadurch gekennzeichnet, daß zur Verbesserung der Formbarkeit und der Anwendungseigenschaften

20

5 bis 25 Gew.-% eines Fettalkohols mit 12 bis 18 C-Atomen,  
5 bis 25 Gew.-% Palmitin-und/oder Stearinsäure, gegebenenfalls in teilweise verseiften Form und  
1 bis 30 Gew.-% eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes der Formel (I)

25



30

in der R<sup>1</sup> eine lineare Alkylgruppe mit 9 bis 21 C-Atomen, A ein Alkali-, Ammonium-oder ein Mono-, Di- oder Trialkanolammoniumion mit 2 oder 3 C-Atomen in der Alkanolgruppe und B Wasserstoff ist oder eine der Bedeutungen von A hat, enthalten ist.

35

2. Geformte Reinigungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich bis zu 35 Gew.-% eines Sulfobernsteinsäuremonoalkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>)-ester-dinatriumsalzes enthalten ist.

40

3. Geformte Reinigungsmittel nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß  
40 bis 60 Gew.-% Alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>)-sulfat, Natriumsalz  
10 bis 20 Gew.-% Cetyl-und/oder Stearylalkohol  
10 bis 20 Gew.-% einer gegebenenfalls teilweise verseiften Palmitin-und/oder Stearinsäure  
5 bis 20 Gew.-% eines Alpha-Sulfofettsäure-Salzes der Formel I gemäß Anspruch 1 und  
0 bis 20 Gew.-% weiterer bekannter Tenside und Hilfsmittel  
enthalten sind.

45

50

55