

【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3区分

【発行日】平成18年1月19日(2006.1.19)

【公表番号】特表2005-511820(P2005-511820A)

【公表日】平成17年4月28日(2005.4.28)

【年通号数】公開・登録公報2005-017

【出願番号】特願2003-549466(P2003-549466)

【国際特許分類】

C 1 1 D 3/10 (2006.01)

C 1 1 D 1/04 (2006.01)

C 1 1 D 1/14 (2006.01)

C 1 1 D 1/22 (2006.01)

C 1 1 D 3/06 (2006.01)

C 1 1 D 3/08 (2006.01)

C 1 1 D 3/20 (2006.01)

C 1 1 D 3/36 (2006.01)

C 1 1 D 3/37 (2006.01)

C 1 1 D 11/00 (2006.01)

C 1 1 D 17/06 (2006.01)

【F I】

C 1 1 D 3/10

C 1 1 D 1/04

C 1 1 D 1/14

C 1 1 D 1/22

C 1 1 D 3/06

C 1 1 D 3/08

C 1 1 D 3/20

C 1 1 D 3/36

C 1 1 D 3/37

C 1 1 D 11/00

C 1 1 D 17/06

【手続補正書】

【提出日】平成17年11月25日(2005.11.25)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

アニオン界面活性剤酸の中和形態、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウムおよび脂肪酸の中和形態を含んで成る組成物であって、アニオン界面活性剤 / 石鹼の比が10 : 1 ~ 20 : 1であり、(組成物に存在する炭酸ナトリウムの重量分率) / (組成物に存在する炭酸水素ナトリウムの重量分率)の比が5 : 1 ~ 2 : 1であることを特徴とする組成物。

【請求項2】

炭酸ナトリウム / 炭酸水素ナトリウムの重量比が4.5 : 1 ~ 2 : 1、好ましくは4 : 1 ~ 2.1 : 1、特に好ましくは3.5 : 1 ~ 2.2 : 1、特に3.25 : 1 ~ 2.25 : 1であることを特徴とする請求項1に記載の組成物。

【請求項 3】

組成物中の炭酸水素ナトリウムの含有量が、組成物の重量に基づいて0.5～20wt%、好ましくは1～15wt%、特に好ましくは2.5～12.5wt%、特に3～10wt%であることを特徴とする請求項1または2に記載の組成物。

【請求項 4】

組成物の嵩密度が300～800g/L、好ましくは350～650g/L、特に400～500g/Lであることを特徴とする請求項1～3のいずれか1つに記載の組成物。

【請求項 5】

組成物に使用される酸の中和形態の含有量が、組成物の重量に基づいて10～50wt%、好ましくは15～45wt%、特に好ましくは20～40wt%、特に25～30wt%であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1つに記載の組成物。

【請求項 6】

ホスホン酸の中和形態がさらに存在し、アニオン界面活性剤/石鹸/ホスホネートの比率が、好ましくは10/1/2～20/1/2であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1つに記載の組成物。

【請求項 7】

液体形態で存在するアニオン界面活性剤酸および脂肪酸を、固体中和剤で中和することによって界面活性剤粒状物を製造する方法であって、該方法において該酸を固体中和剤に接触させ、

- 固体中和剤が、少なくとも比例的に反応して炭酸水素ナトリウムを生成する炭酸ナトリウムを含んで成り；
- 工程最終生成物における炭酸ナトリウム/炭酸水素ナトリウムの重量分率の比が2：1またはそれ以上であり；
- 120℃における乾燥減量によって測定される工程最終生成物の含水量が、<15wt%、好ましくは<10wt%、特に好ましくは<5wt%、特に<2.5wt%であることを特徴とする方法。

【請求項 8】

製造工程の間の温度を100℃未満、好ましくは80℃未満、特に好ましくは60℃未満、特に50℃未満に維持することを特徴とする請求項7に記載の方法。

【請求項 9】

工程最終生成物における炭酸ナトリウム/炭酸水素ナトリウムの重量比が、50：1～2：1、好ましくは40：1～2.1：1、特に好ましくは35：1～2.2：1、特に30：1～2.25：1であることを特徴とする請求項7または8に記載の方法。

【請求項 10】

工程最終生成物における炭酸水素ナトリウムの含有量が、工程最終生成物の重量に基づいて0.5～20wt%、好ましくは1～15wt%、特に好ましくは2.5～12.5wt%、特に3～10wt%であることを特徴とする請求項7～9のいずれか1つに記載の方法。

【請求項 11】

固体中和剤が、水酸化ナトリウム、セスキ炭酸ナトリウム、水酸化カリウムおよび/または炭酸カリウムから成る群からの1つまたはそれ以上の物質をさらに含んで成ることを特徴とする請求項7～10のいずれか1つに記載の方法。

【請求項 12】

固体層が、珪酸塩、珪酸アルミニウム、硫酸塩、クエン酸塩および/またはリン酸塩の群からの他の固体を含んで成ることを特徴とする請求項7～11のいずれか1つに記載の方法。

【請求項 13】

カルボン酸、硫酸半エステルおよびスルホン酸の群、好ましくは脂肪酸、脂肪アルキル硫酸およびアルキルアールスルホン酸の群からの1つまたはそれ以上の物質を、酸形態のアニオン界面活性剤として使用することを特徴とする請求項7～12のいずれか1つに記載の方法。

【請求項 14】

C₈ - 16 - 、好ましくはC₉ - 13 - アルキルベンゼンスルホン酸を、酸形態のアニオン界面活性剤として使用することを特徴とする請求項7～13のいずれか1つに記載の方法。

【請求項15】

アニオン界面活性剤酸が、固体層に添加される際に、15～70 、好ましくは20～60 、特に好ましくは25～55 、特に40～50 の温度であることを特徴とする請求項7～14のいずれか1つに記載の方法。

【請求項16】

製造工程を流動床で行い、流入空気温度が10～70 、好ましくは15～60 、特に好ましくは18～50 、特に20～40 であることを特徴とする請求項7～15のいずれか1つに記載の方法。

【請求項17】

製造工程をミキサーで行い、次に、生成物の後熟成を、流動床において、10～70 、好ましくは15～60 、特に好ましくは18～50 、特に20～40 の流入空気温度で行うことを特徴とする請求項7～15のいずれか1つに記載の方法。

【請求項18】

工程最終生成物の嵩密度が、300～1000g/L、好ましくは350～800g/L、特に好ましくは400～700g/L、特に400～500g/Lであることを特徴とする請求項7～17のいずれか1つに記載の方法。

【請求項19】

中和法の工程最終生成物を、他の固体と任意に混合した後に、液体活性物質を添加して粒状化することを特徴とする請求項7～18のいずれか1つに記載の方法。

【請求項20】

液体活性物質を、後熟成の前かまたはその間に添加し、好ましくは、ミキサーまたは流動床において0.1～5秒の滞留時間で添加することを特徴とする請求項17～19のいずれか1つに記載の方法。

【請求項21】

珪酸塩および/またはポリマーの水溶液、好ましくは水ガラスおよび/または(メタ)アクリル酸ポリマーおよび/またはコポリマーの水溶液を、液体活性物質として使用することを特徴とする請求項19または20に記載の方法。

【請求項22】

粒状化工程の工程最終生成物を、流動床で凝集させ、任意に乾燥させることを特徴とする請求項19～21のいずれか1つに記載の方法。

【請求項23】

流動床から出た粒状物に、他の物質、特に非イオン界面活性剤を供給することを特徴とする請求項22に記載の方法。

【請求項24】

請求項7～23に記載の1つまたはそれ以上の方法の少なくとも1つの工程最終生成物を含んで成る洗剤または洗浄剤、特に洗剤または洗浄剤タブレット。

【請求項25】

洗剤、特に洗剤タブレットの製造における、請求項7～23に記載の1つまたはそれ以上の方法の工程最終生成物の使用。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

第一の態様において、本発明は、アニオン界面活性剤酸の中和形態、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウムおよび脂肪酸の中和形態を含んで成る組成物であって、アニオン界面活性剤/石鹼の比が10:1～20:1であり、(組成物に存在する炭酸ナトリウムの重

量分率) / (組成物に存在する炭酸水素ナトリウムの重量分率) の比が5 : 1 ~ 2 : 1であることを特徴とする組成物を提供する。

【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】

本発明組成物は、局所酸性ポケットおよびそれによって生じうる過熱および変色を防止するために、反応物を緊密接触で接触させることによって製造される。本発明は、アニオン界面活性剤酸および脂肪酸を固体中和剤で中和することによって界面活性剤粒状物を製造する方法であって、該方法において該酸を固体中和剤に接触させ、下記を特徴とする方法も提供する：

- 固体中和剤が、少なくとも比例的に反応して炭酸水素ナトリウムを生成する炭酸ナトリウムを含んで成り、；
- 工程最終生成物における炭酸ナトリウム / 炭酸水素ナトリウムの重量分率の比が2 : 1またはそれ以上であり；
- 120 における乾燥減量によって測定される工程最終生成物の含水量が、 < 15wt %、好ましくは < 10wt %、特に好ましくは < 5wt %、特に < 2.5wt % である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

本発明の方法は、工程最終生成物における炭酸ナトリウム / 炭酸水素ナトリウムの重量分率の比が2 : 1またはそれ以上であるような相対的な量で、反応物を使用することを特徴とする。この重量比は好ましくは狭い範囲にあり、これは、好ましい方法が、工程最終生成物における炭酸ナトリウム / 炭酸水素ナトリウムの重量比が50 : 1 ~ 2 : 1、好ましくは40 : 1 ~ 2.1 : 1、特に好ましくは35 : 1 ~ 2.2 : 1、特に30 : 1 ~ 2.25 : 1であることを特徴とすることを意味する。本発明の方法の極めて好ましい工程最終生成物は、下記の本発明組成物である。言い換えれば、炭酸ナトリウム / 炭酸水素ナトリウムの重量比が5 : 1 ~ 2 : 1、好ましくは4.5 : 1 ~ 2 : 1、特に好ましくは4 : 1 ~ 2.1 : 1、さらに好ましくは3.5 : 1 ~ 2.2 : 1、特に3.25 : 1 ~ 2.25 : 1であることを特徴とする本発明の方法が特に好ましい。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

他の固体中和剤の添加に代えて、またはそれに加えて、反応に参加しないキャリア物質も、炭酸ナトリウムに添加できる。これらは、局所分解、それに伴う好ましくない変色または生成物への他の負荷を防止するために、添加された酸に対して十分な安定性を有すべきである。これに関して、固体層が、珪酸塩、珪酸アルミニウム、硫酸塩、クエン酸塩および / またはリン酸塩の群からの他の固体を含んで成る方法が好ましい。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 3 】

アルカンスルホン酸およびオレフィンスルホン酸も、本発明の目的のために、酸形態のアニオン界面活性剤として使用できる。アルカンスルホン酸は、末端に結合している（第一級アルカンスルホン酸）かまたは炭素鎖に沿った（第二級アルカンスルホン酸）スルホン酸基を含有することができ、第二級アルカンスルホン酸のみが工業的に重要である。これらは、直鎖炭化水素のスルホ塩素化またはスルホキシド化によって製造される。Reedによるスルホ塩素化の間に、紫外線を照射しながらn-パラフィンを二酸化硫黄および塩素と反応させて、対応するスルホクロリドを得、アルカリで加水分解して直接アルカンスルホネートを生成し、水と反応させてアルカンスルホン酸を得る。スルホ塩素化の間に、ジ-およびポリスルホクロリドならびに塩素化炭化水素が遊離基反応の副生物として生じうるので、反応は一般に30%までの転化率で行われるにすぎず、そこで、終了させる。

【 手続補正 7 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 4 】

アルカンスルホン酸の他の製造法はスルホキシド化であり、この方法において、紫外線を照射しながらn-パラフィンを二酸化硫黄および酸素と反応させる。この遊離ラジカル反応において、連続してアルキル-スルホニルラジカルが形成され、これが酸素とさらに反応してアルキルペルスホニルラジカルを得る。未反応パラフィンとの反応は、アルキルラジカルおよびアルキルペルスルホン酸を生じ、これがアルキルペルオキシスルホニルラジカルおよびヒドロキシラジカルに分解する。この2つのラジカルと未反応パラフィンとの反応は、アルキルスルホン酸または水を生じ、水はアルキルペルスルホン酸および二酸化硫黄と反応して硫酸を生成する。この2つの最終生成物、アルキルスルホン酸および硫酸の収量をできるだけ高く維持し、副反応を抑制するために、この反応は一般に僅か1%までの転化率で行い、そこで、終了させる。

【 手続補正 8 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 8 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 8 2 】

[Z]は、還元糖、例えば、グルコース、フルクトース、マルトース、ラクトース、ガラクトース、マンノースまたはキシロースの還元アミノ化によって得るのが好ましい。N-アルコキシ-またはN-アリアルオキシ-置換化合物は、触媒としてのアルコキシドの存在下に、脂肪酸メチルエステルと反応させることによって所望のポリヒドロキシ脂肪酸アミドに変換できる。

【 手続補正 9 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 1 0 5 】

洗剤または洗浄剤は、好ましくは磷酸アルカリ金属塩、特に好ましくは三磷酸五ナトリウムまたは五カリウム（トリポリ磷酸ナトリウムまたはカリウム）をビルダーとして含んで成ることができる。

【 手続補正 10 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 0 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0106】

磷酸アルカリ金属塩は、種々の磷酸のアルカリ金属（特にナトリウムおよびカリウム）塩の集合的用語であり、磷酸は特に、高分子量の磷酸の他に、メタ磷酸（ HOP_3 ）_nおよびオルト磷酸 H_3PO_4 に分類しうる。磷酸塩は、多くの利点を併せ持っている：それらはアルカリキャリアーとして作用し、垢（石灰かす）の付着を防止し、さらに洗浄性能にも寄与する。