

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6097626号
(P6097626)

(45) 発行日 平成29年3月15日 (2017.3.15)

(24) 登録日 平成29年2月24日 (2017.2.24)

(51) Int. Cl.	F I
DO6M 13/463 (2006.01)	DO6M 13/463
DO6M 15/53 (2006.01)	DO6M 15/53
DO6M 13/224 (2006.01)	DO6M 13/224
DO6M 13/148 (2006.01)	DO6M 13/148
DO6M 13/144 (2006.01)	DO6M 13/144

請求項の数 4 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2013-90651 (P2013-90651)	(73) 特許権者	000000918 花王株式会社
(22) 出願日	平成25年4月23日 (2013.4.23)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1 〇号
(65) 公開番号	特開2014-214389 (P2014-214389A)	(74) 代理人	100078732 弁理士 大谷 保
(43) 公開日	平成26年11月17日 (2014.11.17)	(74) 代理人	100089185 弁理士 片岡 誠
審査請求日	平成28年3月7日 (2016.3.7)	(72) 発明者	伊藤 将嗣 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株 式会社研究所内
		(72) 発明者	千葉 圭祐 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株 式会社研究所内

最終頁に続く

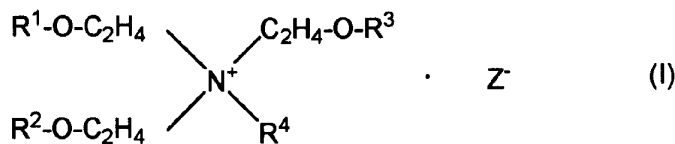
(54) 【発明の名称】 液体柔軟剤組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

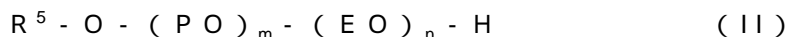
下記一般式(I)で表される4級アンモニウム塩化合物(A)を5質量%以上20質量%以下、下記一般式(II)で表される非イオン界面活性剤(B)を0.5質量%以上5質量%以下含有する液体柔軟剤組成物。

【化1】



10

(一般式(I)中、R¹は炭素数8以上26以下のアシル基を示し、R²、R³はそれぞれ独立に炭素数8以上26以下のアシル基、又は水素原子を示し、R⁴は炭素数1以上3以下のアルキル基を示し、Z⁻は陰イオンを示す。)



(一般式(II)中、R⁵は炭素数が6以上22以下である直鎖アルキル基を示し、酸素原子と結合するR⁵中の炭素原子が第1炭素原子であり、POはプロピレンオキシ基を示し、EOはエチレンオキシ基を示し、m及びnは平均付加モル数を示し、mは0.5以上3.0以下、nは20以上100以下の数を示す。)

20

【請求項 2】

更に、分子中に 3 個以上 6 個以下のヒドロキシ基を有する多価アルコールと炭素数 16 以上 22 以下の脂肪酸とのエステル化合物 (C) を、0.5 質量%以上 5 質量%以下含有する、請求項 1 に記載の液体柔軟剤組成物。

【請求項 3】

更に、水溶性有機溶剤 (D) を 1 質量%以上 10 質量%以下含有する、請求項 1 又は 2 に記載の液体柔軟剤組成物。

【請求項 4】

水溶性有機溶剤 (D) が、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、及びエタノールから選ばれる 1 種又は 2 種以上である、請求項 3 に記載の液体柔軟剤組成物。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、衣料等の繊維製品用の液体柔軟剤組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

4 級アンモニウム塩化合物を主基剤とする液体柔軟剤組成物においては、結晶性が高い 4 級アンモニウム塩化合物を組成物中に安定に分散させる必要がある。しかしながら、寒冷地等において組成物が凍結した場合、その後、解凍されたとしても分散状態を安定に保つことが難しいため、増粘や分離等の貯蔵安定性の問題が生じる場合がある。

20

このような問題を解決する液体柔軟剤組成物として、例えば、特許文献 1、2 には、分岐鎖アルキル基を有するポリオキシアルキレンアルキルエーテル型非イオン界面活性剤を用いる技術が開示されている。

また、特許文献 3 には、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル型非イオン界面活性剤とピグアニド化合物とを含有する組成物が開示されている。

更に、特許文献 4 には、特定構造のアミン化合物と直鎖アルキル基を有する非イオン界面活性剤とを含有する組成物が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0003】

【特許文献 1】特開 2001-181972 号公報

【特許文献 2】特開平 7-018575 号公報

【特許文献 3】特開 2012-202000 号公報

【特許文献 4】特開平 7-018577 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

分岐鎖アルキル基を有するポリオキシアルキレンアルキルエーテル型非イオン界面活性剤は石油を原料とする界面活性剤であることから、石油価格の上昇に伴って製造コストが上昇するためコストの面で不利になる場合がある。

40

一方、他の原料の選択肢として天然油脂が挙げられる。しかしながら、天然油脂由来の脂肪族アルコールは主に直鎖 1 級アルコールであることから、天然油脂に由来のポリオキシアルキレンアルキルエーテル型非イオン界面活性剤は、前記凍結回復性の点で、分岐鎖を有する非イオン界面活性剤よりも劣るため、更なる改善が望まれている。

なお、近年の環境保全の考え方からも天然油脂由来の界面活性剤の使用が求められている。最近の柔軟剤組成物の柔軟基材である陽イオン界面活性剤のほとんどが、分子中に脂肪酸エステル又はアミド構造を有する天然由来の脂肪酸を利用したアミン化合物又は 4 級アンモニウム化合物である。

本発明は、4 級アンモニウム塩化合物と直鎖 1 級アルコールに由来するポリオキシアル

50

キレンアルキルエーテル型界面活性剤とを用いた液体柔軟剤組成物において、柔軟性を有し、かつ凍結回復性に優れた液体柔軟剤組成物を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

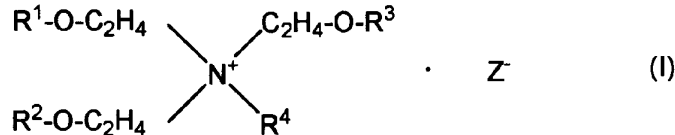
【0005】

本発明は以下を要旨とするものである。

下記一般式(I)で表される4級アンモニウム塩化合物(A)を5質量%以上20質量%以下、下記一般式(II)で表される非イオン界面活性剤(B)を0.5質量%以上5質量%以下含有する液体柔軟剤組成物。

【0006】

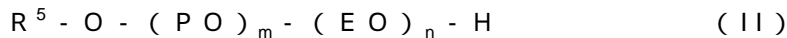
【化1】



10

【0007】

(一般式(I)中、R¹は炭素数8以上26以下のアシル基を示し、R²、R³はそれぞれ独立に炭素数8以上26以下のアシル基、又は水素原子を示し、R⁴は炭素数1以上3以下のアルキル基を示し、Z⁻は陰イオンを示す。)



20

(一般式(II)中、R⁵は炭素数が6以上22以下である直鎖アルキル基を示し、酸素原子と結合するR⁵中の炭素原子が第1炭素原子であり、POはプロピレンオキシ基を示し、EOはエチレンオキシ基を示し、m及びnは平均付加モル数を示し、mは0.5以上3.0以下、nは20以上100以下の数を示す。)

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、柔軟性を有し、かつ凍結回復性に優れた液体柔軟剤組成物を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本発明は、一般式(I)で表される4級アンモニウム塩化合物(A)を5質量%以上20質量%以下、一般式(II)で表される非イオン界面活性剤(B)を0.5質量%以上5質量%以下含有する液体柔軟剤組成物である。

30

本発明においては、直鎖1級アルコールに対して少量のプロピレンオキシドを付加した後、エチレンオキシドを付加した非イオン界面活性剤を用いるため、天然油脂を原料とする直鎖アルキル基を有する界面活性剤でありながらも、4級アンモニウム塩化合物を安定に分散させることが可能であり、液体柔軟剤組成物の凍結回復性を向上させることができる。

【0010】

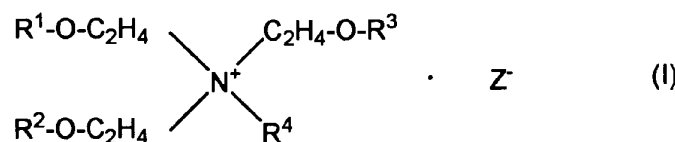
<(A)成分：4級アンモニウム塩化合物>

40

(A)成分は、下記一般式(I)で表される4級アンモニウム塩化合物である。

【0011】

【化2】



【0012】

(一般式(I)中、R¹は炭素数8以上26以下のアシル基を示し、R²、R³はそれぞれ

50

独立に炭素数 8 以上 26 以下のアシル基、又は水素原子を示し、 R^4 は炭素数 1 以上 3 以下のアルキル基を示し、 Z^- は陰イオンを示す。)

【0013】

R^1 は炭素数 8 以上 26 以下のアシル基である。 R^1 の炭素数は好ましくは 12 以上、より好ましくは 14 以上であり、そして、好ましくは 24 以下、より好ましくは 20 以下である。アシル基は、好ましくは脂肪酸由来の有機基であり、より好ましくは直鎖脂肪酸由来の有機基である。

前記脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の飽和もしくは不飽和脂肪酸；牛脂、豚脂、パーム油、大豆油、ナタネ油、サフラワー油、ヒマワリ油、オリーブ油等の天然油脂を分解・精製して得られる脂肪酸；これらの硬化脂肪酸、部分硬化脂肪酸等が挙げられ、これらの中では、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、牛脂脂肪酸、硬化牛脂脂肪酸、パーム油脂肪酸、硬化パーム油脂肪酸、大豆脂肪酸、及び硬化大豆脂肪酸から選ばれる 1 種又は 2 種以上を用いることが好ましい。

【0014】

R^2 、 R^3 はそれぞれ独立に炭素数 8 以上 26 以下のアシル基又は水素原子である。

炭素数 8 以上 26 以下のアシル基としては、前記 R^1 と同じものを挙げる事ができる。

R^4 は、炭素数 1 以上 3 以下のアルキル基であり、これらの中では、メチル基、エチル基が好ましい。

Z^- は、陰イオンであり、好ましくはハロゲンイオン、炭素数 1 以上 3 以下のアルキル硫酸イオン、炭素数 12 以上 18 以下の脂肪酸イオン、炭素数 1 以上 3 以下のアルキル基が 1 個以上 3 個以下置換していてもよいベンゼンスルホン酸イオンであり、より好ましくは塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン、メチル硫酸イオン、及びエチル硫酸イオンであり、更に好ましくは塩素イオン、メチル硫酸イオンである。

【0015】

〔(A)成分の製造方法〕

(A)成分の製造方法について特に制限はないが、トリエタノールアミンと脂肪酸とを脱水エステル化反応させる方法(以下、「脱水エステル化法」ともいう。)、又はトリエタノールアミンと前記脂肪酸の低級アルキルエステル(低級アルキルはメチル基、エチル基、プロピル基)とをエステル交換反応させる方法(以下、「エステル交換法」ともいう。))により得られたエステル化物を、アルキル化剤で 4 級化反応させる方法を挙げる事ができる。

脂肪酸としては、前記脂肪酸を挙げる事ができ、脂肪酸の低級アルキルエステルとしては、前記脂肪酸の低級アルキルエステルを挙げる事ができる。

脂肪酸又は脂肪酸の低級アルキルエステル全量中に含まれる、脂肪酸由来の不飽和炭化水素基に対する脂肪酸由来の飽和炭化水素基のモル比(飽和炭化水素基/不飽和炭化水素基)は、好ましくは 40/60~95/5、より好ましくは 50/50~90/10、更に好ましくは 55/45~85/15 である。

また、脂肪酸は、JIS K0070-1992 に記載の方法で測定した酸価(AV)又は鹼化価(SV)が、好ましくは 170 mg KOH/g 以上、180 mg KOH/g 以上であり、好ましくは 240 mg KOH/g 以下、より好ましくは 235 mg KOH/g 以下である。

【0016】

前記脱水エステル化法又はエステル交換法における反応モル比(脂肪酸又は脂肪酸の低級エステルのモル数/トリエタノールアミン)は、好ましくは 1.3/1~2.0/1、より好ましくは 1.5/1~1.9/1 である。

【0017】

前記脱水エステル化法の例としては、例えば、特表 2000-510171 号公報の 8~9 頁目に記載されている方法を適用することができる。

また、前記エステル交換法の例としては、例えば、特開平7-138211号公報の段落〔0013〕～段落〔0016〕に記載の方法を適用することができる。

【0018】

前記脱水エステル化法又はエステル交換法により、エステル化物の混合物が得られる。このエステル化物の混合物に対し、以下に示すアルキル化剤を用いて4級化することで4級アンモニウム塩化合物（（A）成分）を得ることができる。

アルキル化剤としては、ジメチル硫酸、ジエチル硫酸、塩化メチル、臭化メチル、ヨウ化メチル、エピクロロヒドリン及びエチレンオキシドから選ばれる1種又は2種以上を用いることができる。これらの中では、塩化メチル、ジメチル硫酸及びジエチル硫酸が好ましい。

10

【0019】

アルキル化剤としてジメチル硫酸及びジエチル硫酸の少なくとも1種を用いる場合、エステル化物のアミノ基1当量に対するジメチル硫酸及びジエチル硫酸の少なくとも1種の使用量は、好ましくは0.9当量以上1.1当量以下、より好ましくは0.95当量以上0.99当量以下である。

ジメチル硫酸、ジエチル硫酸を用いる場合には、特に溶媒を使用する必要はないが、溶媒を使用する場合、エタノールやイソプロパノール等を用いることができる。溶媒を使用する場合の使用量は、エステル化物に対して10質量%以上50質量%以下が好ましい。

反応は、反応溶液を40以上100以下に加熱混合し、ジメチル硫酸及びジエチル硫酸の少なくとも1種を滴下することにより行うことができる。

20

その他の4級化反応の例としては、例えば、特開平7-138211号公報の〔0017〕～〔0023〕に記載の方法や、特開平11-106366号公報に記載の製造方法を適用することができる。

【0020】

4級アンモニウム塩化合物がアルケニル基を含有する場合、不飽和基のシス体とトランス体とのモル比〔シス体/トランス体〕は、好ましくは30/70～99/1であり、原料の入手性の観点から、より好ましくは50/50～97/3である。

なお、前記比〔シス体/トランス体〕は¹H-NMRの積分比で算出することができる。

【0021】

（A）成分は、一般式（I）で表される1種類の化合物で構成されていてもよく、一般式（I）で表される2種類以上の化合物の混合物で構成されていてもよい。一般的に、前記製造方法により製造した場合は、一般式（I）で表される2種類以上の化合物の混合物として得られる。

30

一般式（I）においてアシル基を1つ有する4級アンモニウム塩化合物の含有量は、好ましくは10質量%以上45質量%以下、アシル基を2つ有する4級アンモニウム塩化合物の含有量は、好ましくは35質量%以上70質量%以下、アシル基を3つ有する4級アンモニウム塩化合物の含有量は、好ましくは5質量%以上30質量%以下である。

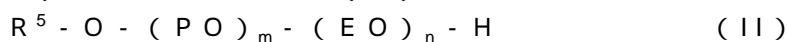
なお、本発明の液体柔軟剤組成物は、（A）成分の調製時に残留する3級アミン化合物、未反応脂肪酸、未反応のエタノールアミンの4級化物等を含んでいてもよい。

40

【0022】

<（B）成分：非イオン界面活性剤>

（B）成分は、下記一般式（II）で表される非イオン界面活性剤である。



（一般式（II）中、R⁵は炭素数が6以上22以下である直鎖アルキル基を示し、酸素原子と結合するR⁵中の炭素原子が第1炭素原子であり、POはプロピレンオキシ基を示し、EOはエチレンオキシ基を示し、m及びnは平均付加モル数を示し、mは0.5以上3.0以下、nは20以上100以下の数を示す。）

R⁵は炭素数が6以上22以下である直鎖アルキル基である。直鎖アルキル基は直鎖1級アルコール由来のアルキル基であることが好ましい。直鎖アルキル基の炭素数は、好ま

50

しくは7以上、より好ましくは8以上であり、そして、好ましくは18以下、より好ましくは16以下、更に好ましくは14以下である。

プロピレンオキシ基の平均付加モル数を表すmは、凍結回復性を向上させる観点から、0.5以上、好ましくは0.6以上、より好ましくは0.8以上であり、そして、3.0以下、好ましくは2.0以下、より好ましくは1.6以下である。

エチレンオキシ基の平均付加モル数を表すnは、凍結回復性を向上させる観点から、20以上、好ましくは25以上、より好ましくは30以上であり、そして、100以下、好ましくは90以下、より好ましくは80以下である。

本発明は、天然油脂由来の高級アルコールから得られた(B)成分を用いることを可能とするので、一般式(II)で表される化合物中のR⁵の炭素数が偶数である化合物が占める割合が、好ましくは80質量%以上、より好ましくは95質量%以上である非イオン界面活性剤を用いることができる。

10

本発明に用いる(B)成分は、単純には、直鎖1級アルコールにプロピレンオキシドを先に付加させた後、エチレンオキシド付加させることで得ることができる。合成方法は公知であり、製品も市販されている。本発明に用いる(B)成分及びその合成方法については公開されている多くの特許文献及び非特許文献を参考にすることができる。

【0023】

<(A)成分及び(B)成分の配合量>

本発明の液体柔軟剤組成物は、(A)成分を5質量%以上20質量%以下である。好適な柔軟効果を得る観点から、5質量%以上、好ましくは7質量%以上、より好ましくは10質量%以上であり、凍結安定性の観点から、20質量%以下、好ましくは18質量%以下含有し、(B)成分を0.5質量%以上5質量%以下、凍結安定性の観点から、0.5質量%以上、好ましくは0.6質量%以上、より好ましくは0.8質量%以上であり、粘度増加の観点から、5質量%以下、好ましくは4質量%以下、より好ましくは3質量%以下含有するものである。なお、本発明の液体柔軟剤組成物は、後述する任意の成分と水とを含有することが好ましい。水としては、次亜塩素酸ナトリウムで滅菌処理した脱イオン水を用いることが好ましい。

20

【0024】

<(C)成分：多価アルコールと脂肪酸とのエステル化合物>

本発明の液体柔軟剤組成物は、保存安定性を向上させる観点から、分子中に3個以上6個以下のヒドロキシ基を有する多価アルコールと炭素数16以上22以下の脂肪酸とのエステル化合物(C)を含有することが好ましく、中でもモノ脂肪酸エステルを40質量%以上含量する多価アルコール脂肪酸エステル混合物を含有することが好ましい。

30

多価アルコールとしては、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ショ糖、ソルピタン、ソルビトール、及びソルビットを挙げることができ、これらの中ではグリセリン、ペンタエリスリトール、ソルピタン、及びソルビトールが好ましい。

脂肪酸としては、炭素数16以上18以下である脂肪酸が好ましい。脂肪酸の具体例としては、ステアリン酸、パルミチン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、パーム油脂肪酸、硬化パーム油脂肪酸、牛脂脂肪酸、及び硬化牛脂脂肪酸が挙げられ、これらの中では飽和脂肪酸が好ましい。

40

液体柔軟剤組成物における(C)成分の含有量は、0.5質量%以上5質量%以下である。保存安定性の観点から、好ましくは0.5質量%以上、より好ましくは1質量%以上であり、好ましくは5質量%以下、より好ましくは4質量%以下である。

【0025】

<(D)成分：水溶性有機溶剤>

本発明の液体柔軟剤組成物は、安定性や粘度の観点から、水溶性有機溶剤(D)を含有することが好ましい。なお、本明細書における水溶性有機溶剤とは、20の脱イオン水100gに対して20g以上溶解するものをいう。

水溶性有機溶剤としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ジエチレングリコール、モノエチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリ

50

コールモノフェニルエーテル、トリエチレングリコールモノフェニルエーテル、イソプロパノール、及びエタノールから選ばれる1種又は2種以上を用いることができる。これらの中では、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン及びエタノールが好ましい。

液体柔軟剤組成物中の水溶性有機溶剤(D)の量は、好ましくは1質量%以上10質量%以下である。凍結回復性を高める観点から、好ましくは1質量%以上、より好ましくは2質量%以上であり、保存安定性の観点から、好ましくは10質量%以下、より好ましくは8質量%以下である。

【0026】

<(E)成分：水溶性無機塩>

本発明の液体柔軟剤組成物は、貯蔵安定性を向上させる観点から、水溶性無機塩(E)を含有することが好ましい。

水溶性無機塩としては、貯蔵安定性の観点から、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、及び塩化マグネシウムから選ばれる1種又は2種以上を用いることができる。これらの中では塩化カルシウムが好ましい。

液体柔軟剤組成物中の水溶性無機塩(E)の量は、好ましくは0.01質量%以上1.0質量%以下である。貯蔵安定性又は粘度調整剤の観点から、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、貯蔵安定性の観点から、好ましくは1.0質量%以下、より好ましくは0.8質量%以下である。

【0027】

<(F)成分：酸剤>

本発明の液体柔軟剤組成物には、酸剤を配合することが好ましく、4級アンモニウム塩化合物の加水分解による分解を抑制する観点から、液体柔軟剤組成物の原液30におけるpHが2.5以上4.0以下になるように酸剤を配合することができる。

酸としては、無機酸又は有機酸が挙げられる。無機酸の具体例としては、塩酸、硫酸が挙げられる。

有機酸の具体例としては、炭素数1以上10以下の1価又は多価のカルボン酸、又は炭素数1以上20以下の1価又は多価のスルホン酸が挙げられる。より具体的にはメチル硫酸、エチル硫酸、p-トルエンスルホン酸、(o-, m-, p-)キシレンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、グリコール酸、エチレンジアミン4酢酸、クエン酸、安息香酸、サリチル酸、コハク酸が挙げられる。

なお、酸剤は、pHが上記範囲になる範囲で、安定性を損なわない程度に配合すればよい。また、配合量は(A)成分の種類や量によって適宜調整することができ、例えば0.01質量%以上、5質量%以下である。

【0028】

<(G)成分：香料>

本発明の液体柔軟剤組成物には、使用感を実感させる観点から、香料を配合することが好ましく、一般に柔軟剤組成物に使用されている種々の天然あるいは合成香料を使用することができる。

香料としては、例えば、脂肪族炭化水素、テルペン炭化水素、芳香族炭化水素等の炭化水素類、脂肪族アルコール、テルペンアルコール、芳香族アルコール等のアルコール類、脂肪族エーテル、芳香族エーテル等のエーテル類、脂肪族オキサイド、テルペン類のオキサイド等のオキサイド類、脂肪族アルデヒド、テルペン系アルデヒド、脂肪族環状アルデヒド、チオアルデヒド、芳香族アルデヒド等のアルデヒド類、脂肪族ケトン、テルペンケトン、脂肪族環状ケトン、非ベンゼン系芳香族ケトン、芳香族ケトン等のケトン類、アセタール類、ケタール類、フェノール類、フェノールエーテル類、脂肪酸、テルペン系カルボン酸、脂肪族環状カルボン酸、芳香族カルボン酸等の酸類、酸アמיד類、脂肪族ラクトン、大環状ラクトン、テルペン系ラクトン、脂肪族環状ラクトン、芳香族ラクトン等のラクトン類、脂肪族エステル、フラン系カルボン酸エステル、脂肪族環状カルボン酸エステル、シクロヘキシルカルボン酸エステル、テルペン系カルボン酸エステル、芳香族カル

10

20

30

40

50

ボン酸エステル等のエステル類、ニトロムスク類、ニトリル、アミン、ピリジン類、キノリン類、ピロール、インドール等の含窒素化合物等々の合成香料、及び動物、植物からの天然香料、天然香料及び/又は合成香料を含む調合香料の1種又は2種以上を使用することができる。

より具体的には、1996年化学工業日報社発行、印藤元一著「合成香料 化学と商品知識」、1969年MONTCLAIR, N. J. 発行、ステファン・アークタンダー(STEFFEN ARCTANDER)著「パヒューム アンド フレーバー ケミカルズ(Perfume and Flavor Chemicals)」、朝倉書店発行、日本香料協会編「香りの百科」、産業図書株式会社発行、中島基貴編著「香料と調香の基礎知識」に記載の香料等が使用できる。

10

【0029】

香料は、香りの持続性、残香性を向上させる観点から、マイクロカプセル化して配合してもよい。香料のマイクロカプセルは、芯物質の香料を壁材で包んだ球状物質であり、その役割は芯物質の香料を保護し、カプセルに物理的な力が加わった際にカプセルの壁が破れて芯物質の香料を放出するものである。

マイクロカプセルの製造方法については、“造る+使うマイクロカプセル”(小石真純他著、工業調査会、2005年10月出版)や、特開2008-63575号公報、特開2006-249326号公報、特開平11-216354号公報、特開平5-222672号公報等に記載されている方法を採用することができる。

また、香りの持続性、残香性を向上させる観点から、例えば、特開2009-256818に記載のアルコール香料のケイ酸エステルを併用することができる。

20

香料成分は液体柔軟剤組成物中に、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上であり、そして、好ましくは5質量%以下、より好ましくは2質量%以下である。

【0030】

<その他成分>

その他任意成分としては、以下の成分が挙げられる。

柔軟性向上及び保存安定性向上のために、脂肪酸、(A)成分以外の陽イオン界面活性剤、(B)成分以外の非イオン界面活性剤等の界面活性剤を併用してもよい。

柔軟剤組成物は、基材劣化の抑制のために、ジブチルヒドロキシトルエン(以下、「BHT」ともいう。)等の周知の酸化防止剤を含有してもよく、(A)成分や(B)成分又は香料成分等は既に配合している場合もある。酸化防止剤を配合することで分解による臭気発生を抑制することができる。

30

【0031】

長期保存時の着色を抑制し審美性を向上させる観点から、一般的に柔軟剤に配合される染料、顔料を配合することができる。

また、一般に洗浄剤に配合することが知られている防菌・防黴剤を配合することができる。更に、長期保存時の色相変化や香りの変質を防ぐ観点、pHを調整する観点から、エチレンジアミン4酢酸、クエン酸及びその塩等のキレート剤を配合することもできる。

繊維製品の風合いや感触の向上のために通常柔軟剤に配合する事が知られているジメチルポリシロキサン(ジメチコーンという場合もある)や各種変性シリコーンを配合してもよい。

40

【0032】

<柔軟剤組成物のpH及び粘度>

本発明の液体柔軟剤組成物の30の時のpHは、好ましくは2.5以上4.0以下、より好ましくは2.5以上3.5以下である。処理後の繊維製品の発香性及び残香性の両方の点及び保存安定性の点からこの範囲が好ましい。

pHは、「JIS K 3362; 2008の項目8.3に従って30において測定する。

pHの調整は、アルカリ剤や前述のクエン酸、コハク酸等の酸剤を用いてもよい。

50

【0033】

本発明の液体柔軟剤組成物の30における粘度は、使いやすさの観点から、好ましくは5 mPa・s以上200 mPa・s以下、より好ましくは10 mPa・s以上150 mPa・s以下である。

液体柔軟剤組成物の粘度は、B型粘度計を用いて、溶液の粘度に適したNo. 1~No. 3ローターのいずれかのローターを用い、60 r/minで、測定開始から1分後の指示値である。液体柔軟剤組成物は30 ± 1 に調温して測定する。

【実施例】

【0034】

実施例及び比較例で使用した成分を以下にまとめて示す。

10

<(A)成分>

(a-1)：トリエタノールアミン1モルに対して脂肪酸(パルミチン酸/ステアリン酸/オレイン酸/その他=28質量%/32質量%/32質量%/8質量%)を1.7モルでエステル化した後、ジメチル硫酸0.97当量で4級化した4級アンモニウム塩化合物

【0035】

(a-2)：トリエタノールアミン1モルに対して脂肪酸(パルミチン酸/ステアリン酸/オレイン酸/その他=43質量%/25質量%/26質量%/6質量%)を1.7モルでエステル化した後、ジメチル硫酸0.97当量で4級化した4級アンモニウム塩化合物

【0036】

<(B)成分>

20

下記の(b-1)~(b-4)及び(b'-1)~(b'-3)は、それぞれの炭素数の直鎖1級アルコールにプロピレンオキシド及びエチレンオキシドを構造の順に反応させて得られた化合物である。m=0は、プロピレンオキシドによる付加反応を行っていないことを意味する。なお、(b'-4)は、ラウリルアルコールにエチレンオキシド及びプロピレンオキシドがEO PO EOの順に平均付加モル数がEOが9モル、POが2モルそしてEOが9モルとなるように合成した非イオン界面活性剤である。

【0037】

(b-1)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=1、n=30の非イオン界面活性剤

【0038】

30

(b-2)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=1、n=40の非イオン界面活性剤

【0039】

(b-3)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=1、n=50の非イオン界面活性剤

【0040】

(b-4)：一般式(II)において、R⁵が炭素数8の直鎖アルキル基であって、m=1、n=50の非イオン界面活性剤

【0041】

<(B')成分>

40

(b'-1)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=0、n=21の非イオン界面活性剤

【0042】

(b'-2)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=0、n=40の非イオン界面活性剤

【0043】

(b'-3)：一般式(II)において、R⁵が炭素数12の直鎖アルキル基であって、m=0、n=50の非イオン界面活性剤

【0044】

(b'-4)：ラウリルアルコール1モルあたりエチレンオキシドを9モル、プロピレン

50

オキシドを 2 モル、エチレンオキシドを 9 モルの順に付加させた非イオン性界面活性剤
【 0 0 4 5 】

< (C) 成分 >

エキセパール P E - M S (ペンタエリスリトールモノステアレート、花王株式会社製)

< (D) 成分 >

エチレングリコール

< (E) 成分 >

塩化カルシウム

【 0 0 4 6 】

実施例 1 ~ 6 及び比較例 1 ~ 6

10

実施例及び比較例で使用した液体柔軟剤組成物は、表 1 に示す配合にしたがって調製した。また、得られた液体柔軟剤組成物について、下記要領で柔軟性及び凍結回復性を評価した。結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 7 】

< 液体柔軟剤組成物の調製 >

3 0 0 m L のガラス製ビーカー (内径 7 c m 、高さ 1 1 c m) に、液体柔軟剤組成物のでき上がり質量が 2 0 0 g となるのに必要な量の 9 5 質量 % に相当する量のイオン交換水 (6 0) と (D) 成分とを入れ、スリーワンモーター (新東科学株式会社製、T Y P E H E I D O N 1 2 0 0 G) に装着した攪拌羽根 (タービン型攪拌羽根、3 枚翼、翼長 2 c m) をガラス製ビーカー底面から 1 c m の高さに設置し、回転数 1 5 0 r / m i n で均一溶液になるまで攪拌混合した。

20

次いで、あらかじめ 6 0 で均一混合しておいた (A) 成分及び (B) 成分、(C) 成分を投入した後、すぐに (E) 成分を投入して回転数 1 5 0 r / m i n で 1 0 分間攪拌した。

その後、ウォータ - バスにて内容物温度が 7 0 になるまで加温し、回転数 4 0 0 r / m i n で 1 5 分間攪拌した。

最後に、氷水を入れたウォーターバス中で内容物温度が 2 5 になるまで冷却した後、香料を添加し、塩酸水溶液又は水酸化ナトリウム水溶液にて p H を 3 . 0 に調製し必要に応じて各成分の濃度が表 1 に記載の濃度となるのに必要なイオン交換水を添加し、2 5 で回転数 2 0 0 r / m i n にて 1 5 分間攪拌することにより液体柔軟剤組成物を得た。

30

【 0 0 4 8 】

< 柔軟性の評価方法 >

(1) 評価タオルの前処理方法

市販の粉末洗剤 (花王株式会社製、アタック) を用いて、市販の木綿タオル (武井タオル株式会社製、T W - 2 2 0) 2 4 枚を日立全自動洗濯機 N W - 6 C Y を用いて一連の洗濯工程を 5 回繰り返した (アタック使用量 3 4 g 、標準コース、水量 4 5 L 、水温 2 0 、洗浄時間 1 0 分、ため濯ぎ 2 回) 。その後、2 0 、4 5 % R H の条件下で乾燥させた。

【 0 0 4 9 】

(2) 評価タオルの柔軟処理方法

40

N a t i o n a l 製電気バケツ式洗濯機 (M i n i M i n i 、型番 : N A - 3 5) に 2 0 の水を 4 . 5 L 注水し、上記 (1) の方法で前処理した木綿タオル 2 枚を投入し、1 分間攪拌した。攪拌後、表 1 に記載の液体柔軟剤組成物を木綿タオル 1 . 5 k g 当たり 7 m l となる量にて投入し、攪拌しながら 5 分間処理した。処理後、脱水槽で 2 分間脱水し、2 0 、4 5 % R H の条件下で乾燥させた。

【 0 0 5 0 】

(3) 柔軟性の評価方法

前記 (2) における乾燥後の木綿タオルについて、1 0 人のパネラーによる S c h e f f e の一対比較法により比較例 1 の液体柔軟剤組成物で処理したタオルを対照とし、次の基準に基づいて柔軟性の評価を行った。

50

〔評価基準〕

：対照（比較例 1）よりも有意水準 5% 以下でやわらかく感じる。

：対照（比較例 1）と同じやわらかさであると感じる。

×：対照（比較例 1）の方が有意水準 5% 以下でやわらかく感じる。

【0051】

<凍結回復性の評価方法>

50ml のガラス製容器に実施例又は比較例の各液体柔軟剤組成物を 40ml 加え、-20 で 12 時間の凍結、20 で 12 時間の解凍を 1 サイクルとし、3 サイクル終了後の粘度変化、分離、及び析出物の有無を次の基準に基づいて評価を行った。

〔評価基準〕

：3 サイクル後も粘度又は外観上の変化がほとんど見られない。

：3 サイクル後に試料の粘度が少し増加するか、外観上の変化がわずかに見られた。

×：3 サイクル後に試料の流動性がなくなるか、明瞭な分離又は析出物が見られた。

【0052】

【表 1】

表 1	実施例												比較例									
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6				
(A)成分	14	14	13.5	13.5			15		14	13.5	13.5	15		14	13.5	13.5						
a-1																						
a-2					15	17							9									17
b-1	1				1																	
b-2		1				1.5																
b-3			1																			
b-4				1																		
b'-1												1										
b'-2							1.5															1.5
b'-3														1	1							
b'-4																1						
(C)成分	3	3	3.5	3.5	2			0.5	3	3.5	3.5		0.5	3	3.5	3.5						
(D)成分	4	4	6	6	5	2	2	5	4	6	6	2	5	4	6	6	6	6	6	6	2	2
(E)成分	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
(G)香料	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.5	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.5
イオン交換水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
柔軟性	○	○	○	○	○	○	—	×	○	○	○	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○
凍結回復性	○	○	○	○	○	○	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	△
配合（質量部）																						
評価																						

10

20

30

40

50

【 0 0 5 3 】

実施例及び比較例の結果より明らかなように、本発明の液体柔軟剤組成物は、柔軟性を有し、かつ凍結回復性に優れている。

フロントページの続き

(72)発明者 中山 美穂
和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

審査官 細井 龍史

(56)参考文献 特開2004-293000(JP,A)
特開2012-127036(JP,A)
特開2012-202000(JP,A)
特開2001-181972(JP,A)
特開2009-74195(JP,A)
特開2012-82538(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
D06M 13/00-15/715
CAplus/REGISTRY(STN)