



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer: **0 084 154**  
**B2**

⑫

## NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

⑯ Veröffentlichungstag der neuen Patentschrift:  
**21.02.90**

㉑ Anmeldenummer: **82111846.0**

㉒ Anmeldetag: **20.12.82**

㉓ Int. Cl.<sup>5</sup>: **C 11 D 1/28, C 11 D 1/12,**  
**C 11 D 1/72, C 11 D 3/37**

---

㉔ Verwendung von Viskositätsreglern für Tensidkonzentrate.

㉕ Priorität: **28.12.81 DE 3151679**

㉖ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**27.07.83 Patentblatt 83/30**

㉗ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**11.06.86 Patentblatt 86/24**

㉘ Bekanntmachung des Hinweises auf die Entscheidung  
über den Einspruch:  
**21.02.90 Patentblatt 90/8**

㉙ Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE FR GB IT LI NL**

**EP 0 084 154 B2**

㉚ Entgegenhaltungen:  
EP-A-0 024 711  
DE-A-2 251 405  
DE-A-2 657 620  
DE-B-1 254 798  
US-A-3 377 289

JP-A-50-116383 (Derwent Abstract 12279X/07)

㉛ Patentinhaber: **Henkel Kommanditgesellschaft auf  
Aktien, Postfach 1100 Henkelstrasse 67,  
D-4000 Düsseldorf-Holthausen (DE)**

㉜ Erfinder: **Reuter, Herbert, Dr., Gerresheimerstrasse 276,  
D-4010 Hilden (DE)**  
Erfinder: **Pioch, Lothar, Nosthoffenstrasse 40,  
D-4000 Düsseldorf 13 (DE)**  
Erfinder: **Schmid, Karl-Heinz, Dr., Stifterstrasse 10,  
D-4020 Mettmann (DE)**  
Erfinder: **Seiter, Wolfgang, Dr., Am Kreuzfeld 61,  
D-4040 Neuss 1 (DE)**

## Beschreibung

Bei der Herstellung von pulverförmigen oder körnigen Wasch- und Reinigungsmitteln nach dem im grosstechnischen Massstab gebräuchlichen Heissprühverfahren geht man von wässrigen Aufschlämmungen («Slurry» genannt) aus, die einen grossen Teil oder auch alle Waschmittelbestandteile enthalten. Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ist es wichtig, dass der Slurry möglichst reich an Waschmittelbestandteilen, d.h. möglichst arm an flüssigen Ballaststoffen ist. Man verwendet zum Ansetzen des Slurries daher die geringstmögliche Wassermenge. Der Konzentrierung sind aber Grenzen gesetzt durch die höchstmögliche Viskosität, bei der der Slurry gerade noch verarbeitet, d.h. vor allem gepumpt und versprüht werden kann.

Wesentlicher Bestandteil von Wasch- und Reinigungsmitteln sind Tenside. Anionische Tenside werden bei der Herstellung des Waschmittelslurries meist als pastenförmige Konzentrate mit einem Tensidgehalt von ca. 30 bis ca. 60 Gew.-% eingesetzt; ein höherer Tensidgehalt wäre zwar wünschenswert, ist aber wegen der dann nicht mehr gewährleisteten Verarbeitbarkeit der Tensidkonzentrate infolge zu hoher Viskosität problematisch. Eine Besonderheit im rheologischen Verhalten von Tensidkonzentraten besteht darin, dass diese auf die Zugabe von Wasser nicht mit einer Viskositätsverminderung sondern zunächst mit einer Verdickung zu einem gelartigen Zustand reagieren, woraus für den Verarbeiter weitere Probleme erwachsen. Beispielsweise ist es häufig nicht einfach, gebildete Gelklumpen wieder in Lösung zu bringen, oder es verstopfen Ventile von Pumpen und Behältern.

Zur Lösung dieser Probleme sind verschiedene Vorschläge bekannt geworden. In der DE-A 2 251 405 beispielsweise werden die Salze bestimmter Carbonsäuren, insbesondere Hydroxycarbonsäuren als Viskositätsregulatoren beschrieben. Nach der Lehre der DE-A 2 305 554 sind sulfonierte aromatische Verbindungen für diesen Zweck geeignet. Die DE-A 12 328 006 nennt Sulfate oder Sulfonate von aliphatischen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffen als Viskositätsverminderer. Auch der Zusatz von niederen Alkanolen wird als Möglichkeit zur Viskositätsverminderung in den genannten Druckschriften aufgeführt. Ferner wird der Zusatz der altbekannten Hydrotrope wie z.B. Cumolsulfonat, oder von sauren Phosphorsäureestern (DE-B 1 617 160) oder von mehrwertigen Alkoholen, bestimmten Carbonsäuren und/oder Estern dieser Verbindungen beschrieben (EP-A 8 060). Aus der EP-A 24 711 ist bekannt, zur Verbesserung des Fließverhaltens von anionischen Tensidkonzentraten Sulfate von bestimmten Polyalkylenetherglykolen zuzusetzen.

Gewünschtenfalls können zusätzlich zusammen mit den Sulfaten niedere Polyalkylenetherglykole eines Molekulargewichts von mindestens 1 500 verwendet werden.

Manche der in der Literatur genannten Zusätze

wirken nur bei bestimmten Tensiden, andere verdünnen die Konzentrate zu sehr mit waschunwirksamen Zusätzen, da sie nur in grösseren Mengen wirksam sind, wieder andere, wie niedrige Alkanole, erniedrigen den Flammpunkt.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung von Viskositätsverminderern für wässrige Konzentrate anionischer Tenside, so dass sie in höheren Konzentrationen als bisher verarbeitbar sind bzw. beim Verdünnen mit Wasser kein Ansteigen der Viskosität aufweisen.

Die Erfindung will die Viskosität von Konzentraten von Alkylsulfaten, Alkylarylsulfonaten und  $\alpha$ -Sulforestsäureestern erniedrigen.

Es wurde nun gefunden, dass man durch die Verwendung von Polyglykolethergruppen enthaltenden Verbindungen aus der Anlagerungsprodukte von 20 bis 80 Mol Ethylenoxid an aliphatische Alkohole mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen oder von 20 bis 60 Mol Ethylenoxid an Alkylphenoole mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen in der Alkylgruppe, die man in Mengen von maximal 10 Gew.-%, bezogen auf die Tensidkonzentrate, wässrigen Konzentraten der wasserlöslichen Salze der anionischen Tenside  $\alpha$ -Sulfofettsäureester, Alkylarylsulfonate, Alkylsulfate als Viskositätsregler zusetzt, die Viskosität dieser Konzentrate bei der üblichen Verarbeitungstemperatur der Konzentrate auf einen Wert von höchstens 10000 mPas vermindern kann.

Auch der Zusatz bestimmter anorganischer Salze, z.B. Trinatriumphosphat ( $Na_3PO_4$ ) oder Natriumsulfat ( $Na_2SO_4$ ) oder Alkalihydroxid als Viskositätsregler wirkt viskositätsvermindernd, insbesondere bei Alkylsulfatkonzentraten.

Die Tenside liegen in den Konzentraten je nach Art der Tenside in Mengen von etwa 30 Gew.-% ( $\alpha$ -Sulfofettsäureester, Alkylsulfate) oder, wie im Fall der Alkylarylsulfonate in Mengen von ca. 50 bis 60 Gewichtsprozent. Durch die erfindungsgemäße Verwendung der Viskositätsverminderer kann man die Viskosität der Konzentrate bei der jeweiligen Verarbeitungstemperatur, d.h. bei der Temperatur, bei der die Tensidkonzentrate hergestellt, gepumpt, mit anderen Waschmittelbestandteilen vermischt oder versprüht werden, was man zwischen etwa 50 und 90° C vornimmt, auf eine noch verarbeitbare Viskosität von höchstens 10000 mPas vermindern. Ein weiterer, sehr wesentlicher Vorteil der erfindungsgemäßen Verwendung besteht darin, dass man den Tensidgehalt der Konzentrate um 3 bis 15 Gew.-% erhöhen kann, ohne dass die Viskosität die für die Verarbeitbarkeit zulässige Obergrenze von etwa 10000 mPas übersteigt, wodurch die Tensidkonzentrate entsprechend weniger Wasser enthalten, was für die Ökonomie der Herstellung und die Qualität der Waschmittel sehr wichtig ist.

Die Viskositätregler setzt man den wässrigen Tensidkonzentraten in Mengen von vorzugsweise 0,1 bis 5 Gew.-% zu. Besonders bevorzugt sind Mengen von 0,5 bis 3 Gew.-%. Diese Angaben beziehen sich auf das wässrige Tensidkonzentrat. Im einzelnen wird die Menge des Viskositätsreglers durch die erwünschte Viskositätserniedri-

gung des jeweiligen Konzentrats bestimmt. In manchen Fällen ist bereits bei einem Zusatz von 3 Gew.-% die maximal erreichbare Viskositätssenkung erreicht.

Die als Viskositätsregler geeignete Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an aliphatische Alkohole leiten sich insbesondere von Fettsäuren natürlicher Fette, beispielsweise von Kokosöl oder Talgfett ab. Es können aber auch entsprechende Ziegler- oder Oxoalkoholethoxylate verwendet werden, wobei ein Ethoxylierungsgrad von 30 bis 80 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol, insbesondere 40 bis 60 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol besonders gute Ergebnisse liefert. Ein besonders wirksamer Viskositätsregler für  $\alpha$ -Sulfotettsäureester und Alkylarylsulfonat-Konzentrate ist beispielsweise das Anlagerungsprodukt von 50 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Talgalkohol.

Geeignete Alkylphenolethoxylate haben insbesondere 8 bis 12, beispielsweise überwiegend 9 Kohlenstoffatome in der Alkylgruppe und vorzugsweise 30 bis 50 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkylphenol im Molekül. Das Anlagerungsprodukt von 40 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Nonylphenol ist ein Beispiel für einen Viskositätsregler, der besonders wirksam bei Konzentraten von  $\alpha$ -Sulfotettsäureestern und Alkylarylsulfonaten ist.

Die Tensidkonzentrate, deren Viskosität durch die vorgenannten Viskositätsregler beeinflusst werden kann, enthalten insbesondere die folgenden Tenside:

#### 1. $\alpha$ -Sulfotettsäureester (SFE)

Diese Tenside leiten sich insbesondere von Fettsäuren mit 10 bis 20, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und von aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 10, vorzugsweise 1 bis 2 Kohlenstoffatomen im Molekül ab. Die Einführung der Sulfogruppe erfolgt entweder durch Sulfonierung der Fettsäure und anschliessende Verestierung der Carboxylgruppe mit dem Alkohol oder durch Sulfonierung eines entsprechenden Fettsäureesters. Nach beiden Verfahren werden Ester von Sulfofettsäuren erhalten, die die Sulfogruppe in  $\alpha$ -Stellung enthalten. Als Tenside besonders geeignete  $\alpha$ -Sulfotettsäureester sind die Alkali- oder Ammoniumsalze der Methyl- und Ethylester von Talgfettsäure mit einer Sulfogruppe in  $\alpha$ -Stellung, deren Säurekomponente also im wesentlichen aus gesättigten und ungesättigten  $C_{16}$ - und  $C_{18}$ -Fettsäuren besteht.

#### Alkylsulfate (FAS)

Tenside dieser Klasse sind die Schwefelsäureester von Fettalkoholen. Die Alkoholkomponente kann dabei gesättigt oder ungesättigt sein und weist in der Regel 8 bis 24 Kohlenstoffatome, vorzugsweise 10 bis 18 Kohlenstoffatome auf. Der Alkohol leitet sich beispielsweise von Kokosöl oder insbesondere von Talgfett ab. FAS liegen üblicherweise in Form ihrer Alkali- oder Ammoniumsalze vor.

#### Alkylarylsulfonate (ABS)

ABS sind die Sulfonierungsprodukte von ins-

besondere Alkylbenzol. Die Alkylgruppe kann geradkettig oder verzweigt, dabei gesättigt oder ungesättigt sein. Vorzugsweise besitzt der Alkylrest 4 bis 16, insbesondere 6 bis 14 Kohlenstoffe. Besondere Bedeutung besitzen ABS, deren Alkylreste 8 bis 12 Kohlenstoffatome aufweisen und als Alkali- oder Ammoniumsalze vorliegen.

Neben diesen anionischen Tensiden können die erfindungsgemässen wässrigen Tensidkonzentrate auch andere oberflächenaktive Mittel sowie anorganische Salze wie Natriumchlorid und/oder Natriumsulfat enthalten, die ihrerseits ebenfalls einen Einfluss auf die Viskosität der Konzentrate ausüben können.

#### 15 Beispiele

##### I. $\alpha$ -Sulfotettsäureester

###### Beispiel 1

Ein wässriges Konzentrat von  $\alpha$ -Sulfotalgfettsäuremethylester mit ca. 29 Gew.-% Aktivsubstanz hatte im Temperaturbereich von 40 bis 65°C ohne Zusatz eines Viskositätsverminderers eine Viskosität zwischen ca. 31 000 mPas (40°C) und ca. 25 000 mPas (65°C). Nach Zusatz von 1,5 Gew.-%, bezogen auf das Konzentrat, Nonylphenol + 20 Mol Ethylenoxid hatte das Konzentrat eine Viskosität zwischen ca. 1 500 mPas (65°C) und ca. 14 000 (40°C). Ähnliche oder bessere Ergebnisse wurden erhalten, wenn man als Viskositätsregler die gleiche Menge Nonylphenol mit 40 bzw. 60 Mol Ethylenoxid verwendete. Eine wesentlich geringere Wirkung wurde dagegen mit Nonylphenol + 10 und Nonylphenol + 6,5 Mol Ethylenoxid, also typischen Waschmitteltensiden, erhalten.

###### Beispiel 2

Das  $\alpha$ -Sulfotalgfettsäuremethylester-Konzentrat von Beispiel 1 wurde mit 1,5 Gew.-% Talgalkohol + 25 Mol Ethylenoxid versetzt. Die Viskosität lag dann zwischen ca. 1 500 mPas (65°C) und ca. 22 000 mPas (40°C). Gleich grosse Zusätze von Talgalkohol + 50 Mol Ethylenoxid oder Talgalkohol + 80 Mol Ethylenoxid ergaben vergleichbare oder bessere Ergebnisse, während typische Waschmitteltenside wie Talgalkohol + 14 Mol Ethylenoxid und Talgalkohol + 5 Mol Ethylenoxid schlechtere Ergebnisse lieferten.

##### II. Alkylarylsulfonate

###### Beispiel 3

Eine Alkylbenzolsulfonat-Paste mit 59 Gew.% Aktivsubstanz wies ohne Zusatz eines Viskositätsverminderers eine Viskosität von ca. 17 000 mPas (40°C) bzw. von ca. 13 000 mPas (55°C) auf. Nach Zusatz von 1,5 Gew.-% Talgalkohol + 50 Mol Ethylenoxid oder Nonylphenol + 40 Mol Ethylenoxid betrug die Viskosität nur noch ca. 2800 mPas (40–55°C), während Talgalkohol + 14 Mol Ethylenoxid eine deutlich geringere Viskositätsverminderung bewirkte.

##### III. Alkylsulfate

###### Beispiel 4

Eine Talgalkoholsulfat-Paste mit 30,1 Gew.-%

Aktivsubstanz wies ohne Zusatz eines Viskositätsverminderers eine Viskosität zwischen ca. 35 000 mPas (55°C) und ca. 10 000 mPas (80°C) auf. Der Zusatz von 3 Gew.-% Nonylphenol + 20 Mol Ethylenoxid führte zu einer Viskosität von 9500 mPas (55°C) bzw. 3100 mPas (80°C). Ein Zusatz von 3 Gew.-% Talgalkohol + 25 Mol Ethylenoxid bewirkte eine Viskositätsenkung auf 2100 mPas (55°C) bzw. 2100 mPas (80°C).

Durch die erfindungsgemäße Verwendung der viskositätsenkenden Zusätze lässt sich die Aktivsubstanz der Tensid-Konzentrate je nach Tensid-Typ um etwa 3 bis 5 Gewichtsprozent anheben, ohne dass die Viskosität auf einen Wert von über etwa 10 000 mPas ansteigt; diese Viskosität stellt etwa die Obergrenze für die Pumpbarkeit und Verarbeitbarkeit von Tensidkonzentraten im Waschmittel-Slurry dar. Entsprechend der höheren Aktivsubstanz-Konzentration kann man den Wassergehalt der Tensid-Konzentrate um den gleichen Betrag verringern; dies bedeutet bei der grosstechnischen Waschmittel-Herstellung einen erheblichen Fortschritt.

### Patentansprüche

1. Verwendung von höhermolekularen Polyglykolethergruppen enthaltenden Verbindungen als Viskositätsverminderer für wässrige Konzentrate anionischer Tenside, dadurch gekennzeichnet, dass man Verbindungen aus der Anlagerungsprodukte von 20 bis 80 Mol Ethylenoxid an aliphatische Alkohole mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, der Anlagerungsprodukte von 20 bis 60 Mol Ethylenoxid an Alkylphenole mit 6 bis 12 Kohlenstoffatomen in der Alkylgruppe, in Mengen von maximal 10 Gew.-%, bezogen auf die Tensidkonzentrate, wässrigen Konzentraten der wasserlöslichen Salze der anionischen Tenside  $\alpha$ -Sulfocettsäureester, Alkylarylsulfonate, Alkylsulfate zusetzt, so dass bei der üblichen Verarbeitungstemperatur dieser Konzentrate eine Viskositätsverminderung auf einen Wert von höchstens 10 000 mPas eintritt.

2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Viskositätsregler in Mengen von 0,1 bis 5 Gew.-% und insbesondere in Mengen von 0,5 bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Tensidkonzentrat, zusetzt.

3. Verwendung nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass man als Viskositätsregler Anlagerungsprodukte von 30 bis 80 Mol Ethylenoxid, vorzugsweise 40 bis 60 Mol Ethylenoxid an Fettalkohole, vorzugsweise Talgfettalkohol, zusetzt.

4. Verwendung nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass man als Viskositätsregler Anlagerungsprodukte von 30 bis 50 Mol Ethylenoxid, vorzugsweise 40 Mol Ethylenoxid Alkylphenol mit 8 bis 12, vorzugsweise überwiegend 9 Kohlenstoffatomen in der Alkylgruppe, insbesondere Nonylphenol, zusetzt.

### Claims

1. The use of relatively high molecular weight compounds containing polyglycol ether groups as viscosity-reducing agents for aqueous concentrates of anionic surfactants, characterized in that compounds of adducts of 20 to 80 mol ethylene oxide with aliphatic C<sub>10-20</sub> alcohols, the adducts of 20 to 60 mol ethylene oxide with alkyl phenols containing 6 to 12 carbon atoms in the alkyl group are added in quantities of at most 10% by weight, based on the surfactant concentrates, to aqueous concentrates of the water-soluble salts of the anionic surfactants  $\alpha$ -sulfocettsäure acid esters, alkyl aryl sulfonates, alkyl sulfates so that a reduction in viscosity to at most 10,000 mPas occurs at the temperature at which these concentrates are normally processed.

2. The use claimed in claim 1, characterized in that the viscosity regulators are added in quantities of from 0.1 to 5% by weight and more especially in quantities of from 0.5 to 3% by weight, based in each case on the surfactant concentrate.

3. The use claimed in claims 1 and 2, characterized in that adducts of 30 to 80 mol ethylene oxide and preferably 40 to 60 mol ethylene oxide with fatty alcohols, preferably tallow fatty alcohol, are used as viscosity regulators.

4. The use claimed in claims 1 and 2, characterized in that adducts of 30 to 50 mol ethylene oxide, preferably 40 mol ethylene oxide, with alkyl phenol containing 8 to 12 and, preferably, predominantly 9 carbon atoms in the alkyl group, more especially nonyl phenol, are used as viscosity regulators.

### Revendications

1. Utilisation de composés contenant des groupes polyglycol éther à poids moléculaire plus élevé en tant qu'agents diminuant la viscosité pour des concentrés aqueux d'agents tensioactifs anioniques, caractérisée en ce que l'on ajoute des composés choisis dans le groupe des produits d'addition de 20 à 80 mol d'oxyde d'éthylène sur des alcools aliphatiques ayant 10 à 20 atomes de carbone, les produits d'addition de 20 à 60 mol d'oxyde d'éthylène sur des alcoylphénols ayant de 6 à 12 atomes de carbone dans la chaîne alcoyle, en quantités de 10% en poids rapporté au concentré d'agent tensioactif, au maximum, aux concentrés aqueux des sels solubles dans l'eau des agents tensioactifs anioniques à savoir l'ester d'acides gras  $\alpha$ -sulfoné, l'alcoylarylsulfonate ou l'alcoylsulfate, de façon à ce qu'il se produise une diminution de la viscosité à une valeur d'au plus 10 000 mPas aux températures habituelles de transformation de ces concentrés.

2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'on ajoute les régulateurs de viscosité en quantités allant de 0,1 à 5% en poids et en particulier en quantités allant de 0,5 à 3% en poids respectivement calculée sur le concentré d'agent tensioactif.

3. Utilisation suivant les revendications 1 et 2, caractérisée en ce que l'on ajoute, comme régulateurs de la viscosité, des produits d'addition de 30 à 60 moles d'oxyde d'éthylène de préférence de 40 à 60 moles d'oxyde d'éthylène sur des alcools gras, de préférence de l'alcool de suif.

4. Utilisation suivant les revendications 1 et 2,

caractérisée en ce que l'on ajoute, comme régulateurs de la viscosité, des produits d'addition de 30 à 50 moles d'oxyde d'éthylène, de préférence de 40 moles d'oxyde d'éthylène sur un alkyphénol ayant de 8 à 12, de préférence, principalement, 9 atomes de carbone dans le groupe alkyl, en particulier sur le nonylphénol.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65