11 Veröffentlichungsnummer:

**0 231 891** Δ2

(12)

### **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 87101256.3

(51) Int. Cl.4: C11D 1/83, C11D 1/28

2 Anmeldetag: 29.01.87

(30) Priorität: 06.02.86 DE 3603580

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 12.08.87 Patentblatt 87/33

Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH:DE ES FR GB IT LI LU NL SE

7) Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien

Rooffoob 1100 Henkelstrages 67

Postfach 1100 Henkelstrasse 67 D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)

Erfinder: Koch, Karlheinz, Dr.

Carl-Bart-Strasse 5 D-5657 Haan(DE)

Erfinder: Wegener, Ingo

Am Falder 20

D-4000 Düsseldorf 13(DE) Erfinder: Giesen, Brigitte

Böcklinstrasse 2

D-4000 Düsseldorf-Grafenberg(DE)

### (S) Estersulfonathaltige Tensid-Konzentrate und ihre Verwendung.

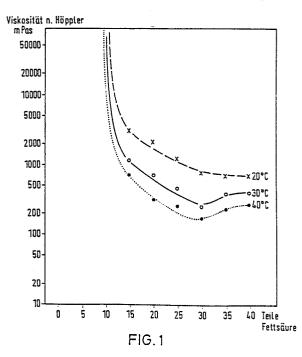
5 Die estersulfonathaltigen Tensid-Konzentrate enthalten (a) ein oder mehrere Tenside in einer Menge von 50 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, aus den Gruppen Alkalisalze α-sulfonierter Fettsäurealkylester als Aniontenside und lineare aliphatische Fettalkoholpolyglykolether als nichtionische Tenside in einem Verhältnis Aniontensid: nichtionisches Tensid im Bereich von 1:0,3 bis 1:3, (b) eine oder mehrere gesättigte und/oder ungesättigte lineare aliphatische Carbonsäuren in Mengen von 10 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, sowie (c) Wasser in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%. bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate. enthalten. Die Erfindung betrifft außerdem die Verwendung von derartigen Konzentraten in Wasch-, Spül-und Reinigungsmitteln für Haushalts-und Industriezwecke.

Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Fettsäuregehalt

REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Katrium
48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/

x Teile Kokos-/Palmkernöl - Fettsäure

Cetylaikoh



Xerox Copy Centre

#### Estersulfonathaltige Tensid-Konzentrate und ihre Verwendung

25

35

45

Die Erfindung betrifft estersuffonathaltige Tensid-Konzentrate und ihre Verwendung in Haushalts-und Industriereinigern.

1

α-Sulfofettsäureestersalze entstehen großtechnischen Verfahren in Form wässriger Pasten durch Neutralisation von α-Sulfofettsäureestern mit wässrigem Alkalihydroxid. Als technisches Ausgangsmaterial dienen und/oder Öle natürlichen Ursprungs, die durch Esterspaltung und nachfolgende Veresterung mit niederen Alkanolen, insbesondere Methanol, bzw. durch Umesterung natürlicher Triglyceride mit niederen Alkanolen erhalten werden. Die anfallenden Fettsäureestergemische enthalten -je nach Ursprung des natürlichen Rohstoffs -Fettsäuren eines vergleichsweise breiten Bereichs der Kettenlänge der Alkviketten. Üblicherweise werden Fettsäuren mit 10 bis 24 C-Atomen verwendet. Bevorzugt sind Talgöl oder Palmöl als natürliche Rohstoffe.

Die Sulfonierung der Fettsäureestergemische mit gasförmigem SO<sub>3</sub> führt zu mehr oder weniger stark verfärb ten sauren Rohsulfonaten, die gebleicht und durch Neutralisation auf einen pH-Wert von etwa 6 bis 7 in Estersulfonatpasten überführt werden. Derartige Pasten haben heute zunehmende praktische Bedeutung als oberflächenaktive Mittel bzw. Netzmittel für Wasch-und Reinigungsmittel, die aus nativen Rohstoffquellen hergestellt werden können.

Die technische Handhabung solcher Pasten von Alkalisalzen α-sulfonierter Fettsäurealkvlester -(auch als "Estersulfonatsalze" bezeichnet) bereitet insofern Schwierigkeiten, als solche Pasten ein außergewöhnliches Konzentrations-/Viskositäts-Verhalten zeigen. Nur in vergleichsweise niedrigen Feststoffkonzentrationen in Wasser, beispielsweise bis zu Feststoffgehalten von etwa 35 Gew.-%, sind derartige Lösungen bzw. Suspensionen hinreichend gut bewegbar und pumpbar, ohne den Ablauf technischer Vorgänge zu stören. Als "pumpbar" werden dabei im allgemeinen Produkte bezeichnet, die eine Viskosität unterhalb von 10 000 mPas bei einer Temperatur von ca. 70°C aufweisen. Höhere Feststoffgehalte (ab etwa 40 Gew.-%) in Estersulfonatsalz-Lösungen bzw. -Suspensionen führen zu einem überproportional starken Anstieg der Viskosität, so daß von einer freien Bewegbarkeit bzw. Pumpbarkeit der Mischungen nicht mehr gesprochen werden kann. Hieraus resultieren mehrere schwerwiegende Nachteile: Hochkonzentrierte Estersulfonatsalz-Pasten können nicht unmittelbar durch Neutralisation des Rohsulfonsäuregemisches mit wässriger Alkalihydroxidlösung neutralisiert werden, Rührbarkeit und damit die gleichmäßige Vermi-

schung der Komponenten der Neutralisationsreaktion nicht mehr gewährleistet ist. Zudem ist es in großtechnischem Maßstab nicht möglich, die Neutralisationswärme im erforderlichen Maße abzuführen. Durch die daraus resultierende Erhöhung der Konzentrationen bzw. der Reaktionstemperatur treten unerwünschte Nebenreaktionen ein, unter denen insbesondere eine unerwünscht hohe Bildung von Disalzen der α-Sulfofettsäure unter Esterspaltung zu nennen ist. Weiterhin ist es als nachteilig anzusehen, daß infolge des Viskositätsanstiegs die erhaltenen Estersulfonat-Pasten im großtechnischen Betrieb nicht mehr abgepumpt oder über Rohrleitungen bewegt werden können. Es tritt ein Verschluß der Rohrleitungen und damit eine nachhaltige Störung des Betriebs der Gesamtanlage ein.

Zur Verbesserung dieser Situation wurden inzwischen zahlreiche Lösungsvorschläge gemacht. So wird in der DE-OS 33 05 430 der Zusatz langkettiger, gegebenenfalls substituierter Alkohole als Viskositätsregler vorgeschlagen. Damit läßt sich eine Viskositätserniedrigung unter den gewünschten Wert von 10 000 MPas bei 70°C erreichen.

Nach der Lehre der DE-OS 33 34 517 sollen wässrige Aufschlämmungen von α-Sulfofettsäureestersalzen hinreichend beweglich sein, die einen Zusatz von niederen Alkoholsulfaten sowie niederen Alkoholen enthalten. Die genannten Verbindungen zur Erniedrigung der Viskosität werden zunächst in höheren Konzentrationen als letztendlich erforderlich in die Reaktionsmischungen eingetragen und dann durch Einengen wieder entfernt

Die Offenbarung der DE-OS 31 23 681 geht dahin, zur Herstellung einer hochkonzentrierten wässrigen Lösung eines α-Sulfofettsäureestersalzes primär die Rohsulfonsäure mit kaustischer Alkalilösung in Gegenwart eines niederen Alkohols auf einen pH-Wert von 2,5 bis 4 zu neutralisieren und anschließend in einer zweiten Neutralisationsstufe durch Zugabe weiterer Alkalilösung den pH-Wert auf das erforderliche Niveau im Bereich von 6 bis 7 zu bringen.

Die genannten Vorschläge des Standes der Technik beziehen sich dabei auf die üblichen technischen Einsatzmaterialien (Fettsäuren) natürlichen Ursprungs mit einer vergleichsweise großen Breite der Alkylreste im natürlichen Fettsäuregemisch (C10 bis C24). Bei einem engeren Bereich der Kettenlänge des Alkylrestes in den nativen Fettsäuren (beispielsweise C16 bis C18), wie er beispielsweise im Bereich der Spaltung von Talgfett oder der Aufarbeitung von Palmöl anfällt, können die Maßnahmen zur Visko-

20

sitätserniedrigung deutlich reduziert werden. Dies ist Gegenstand der Patentanmeldung P 34 39 520.2. Anmeldungsgemäß können wässrige Pasten von Estersulfonatsalzen, die auf der Basis von C16bzw. C<sub>18</sub>-Fettsäuren hergestellt wurden, Feststoffgehalte von wenigstens 60 Gew.-% aufweisen und sind bei 60°C immer noch pumpbar, obwohl sie praktisch frei von Viskositätsreglern sind. Nachteilig an derartigen Estersulfonatsalz-Pasten ist jedoch, daß sie, gemäß der genannten deutschen Patentanmeldung P 34 39 520.2, vergleichsweise große Gehalte an "Disalz", d.h. an Disalzen der  $\alpha$ -Sulfofettsäure aufweisen, die unter Spaltung des Esters im stark alkalischen Milieu entstanden sind. Derartige Disalze, deren Anteil dabei bis zu 25 Gew.-% der technischen Estersulfonate ausmachen kann. sind als Nebenprodukt höchst unerwünscht, da sie die rheologischen Eigenschaften der Pasten deutlich verschlechtern. Für hochwertige Estersulfo natpasten ist deswegen ein "Disalz"-Gehalt unterhalb von 25 Gew.-% erstrebenswert.

Die Erfindung stellte sich die Aufgabe, Alkalisalze α-sulfonierter Fettsäurealkylester in einer Form zur Verfügung zu stellen, die bei niedriger Temperatur fließ-und pumpbar ist, d.h. Alkalisalzen, die eine Viskosität unterhalb von 10 000 mPas aufweisen. Derartige Estersulfonatsalze sollten dabei in möglichst hohen Aktivsubstanz-Gehalten zur Verfügung gestellt werden, d.h., in den Konzentraten sollten die Tensidgehalte deutlich über 50 % liegen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß man Konzentrate von Alkalisalzen α-sulfonierter Fettsäurealkylester erhält, die bei niedriger Temperatur fließfähig und pumpbar sind, wenn man Estersulfonaten nichtionische Tenside sowie Fettsäuren und gegebenenfalls geringe Mengen Wasser in solchen Mengen, daß der Gehalt an waschwirksamen Substanzen (Estersulfonate + Disalze + nichtionische Tenside + Fettsäuren) 90 bis 100 Gew.-% ausmacht, zusetzt. Die Erfindung betrifft estersulfonathaltige Tensid-Konzentrate, die (a) ein oder mehrere Tenside in einer Menge von 50 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, aus den Gruppen ( $\alpha$ ) Alkalisalze  $\alpha$ -sulfonierter Fettsäurealkylester aus Fettsäuren mit 16 und/oder 18 C-Atomen und Alkoholen mit 1 bis 8 C-Atomen im Alkylrest und (B) lineare aliphatische Fettalkoholpolyglykolether mit 10 bis 20 C-Atomen im Alkylrest des Alkohols und 3 bis 15 Ethoxygruppen im Molekül, wobei das Verhältnis der Tensidkomponenten ( $\alpha$ ): ( $\beta$ ) im Bereich von 1:0,3 bis 1: 3 liegt, (b) ein oder mehrere gesättigte und/oder ungesättigte, lineare aliphatische Carbonsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen in Mengen von 10 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, sowie (c) Wasser in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten. Zusätzlich können die Tensid-Konzentrate weitere Bestandteile wie zum Beispiel (außer Disalzen) andere von der Herstellung der Hauptbestandteile her in diesen vorhandenen Nebenbestandteile enthalten, die bis zu etwa 25 Gew.-% ausmachen können. Die Erfindung betrifft außerdem die Verwendung derartiger Konzentrate in Wasch-, Spül-und Reinigungsmitteln für Haushalts-und Industriezwecke in Mengen von 1 bis 15 Gew.-% waschaktiver Substanz, bezogen auf das Gesamtgewicht der Wasch-, Spül-und Reinigungsmittel.

Die erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Tensid-Konzentrate enthalten als Hauptbestandteil -(a) ein oder mehrere Tenside. Die Tensid-Komponente der Konzentrate setzt sich aus zwei Tensidgruppen zusammen: Es sind in den Konzentraten anionische Tenside ( $\alpha$ ) und nichtionische Tenside -(B) enthalten. Als anionische Tenside werden erfindungsgemäß die an sich aus dem Stand der Technik bekannten Alkalisalze α-sulfonierter Fettsäurealkylester eingesetzt. Als solche kommen Lithiumsalze, Natriumsalze, Kaliumsalze oder Rubidiumsalze in Frage. Aufgrund der optimalen Verfügbarkeit der Rohstoffe (Natronlauge bzw. Soda oder Kalilauge bzw. Pottasche) sind die Natriumsalze und Kaliumsalze der α-sulfonierten Fettsäurealkylester bevorzugt.

Die Fettsäurealkylester stammen aus der Gruppe der Ester von Fettsäuren mit 16 und/oder 18 C-Atomen. Derartige Fettsäuren fallen bei Aufarbeitungsprozessen für natürliche Fette und/oder Öle in großen Mengen an. So führt die Gewinnung von Ölsäure durch Spaltung von Talgfett nach dem sogenannten "Umnetzverfahren" oder die Aufarbeitung von Palmöl zu einem Produkt, das Fettsäuren der Kettenlänge C15 und C18 im Verhältnis von ungefähr 1:1 enthält. Derartige Fette und/oder Öle nativer Herkunft sind deswegen als Ausgangsmaterial für die Tenside in den erfindungsgemäßen Tensid-Konzentraten besonders gut geeignet. Es jedoch auch andere Fettsäurequellen verfügbar. So führt die Gewinnung des sogenannten Palmstearins aus Palmöl zu Fettsäuregemischen mit einem C16: C18-Verhältnis von etwa 60: 40. Auch liegen die im praktischen Verfahren der Talgaufbereitung anfallenden Fettsäureschnitte häufig im genannten C-Zahlenbereich. Außerdem enthält gehärtetes Sojaöl ebenfalls überwiegend Fettsäure der Kettenlänge C16 und C18. Außer den genannten nativen Quellen sind jedoch auch andere Quellen denkbar, insbesondere solche, die Fettsäuren der genannten Kettenlänge nach chemischer Umwandlung, beispielsweise Härtung durch vorgelagerte Hydrierschritte, verfügbar machen.

30

Die als anionische Tenside enthaltenen Alkalisalze α-sulfonierter Fettsäurealkylester enthalten als Esterbestandteil Alkohole mit 1 bis 8 C-Atomen im Alkylrest. Als solche kommen Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol, Butanol, sec-Butanol, Isobutanol, tert-Butanol sowie auch Pentanol, Hexanol, Heptanol und Octanol sowie ihre Isomeren in Frage. Bevorzugt werden Alkohole mit 1 bis 4 C-Atomen im Alkylrest, wobei insbesondere Methanol und Ethanol mit Vorteil verwendet werden. Die Fettsäurealkylester entstehen durch Umesterung aus den aus natürlichen Quellen ver fügbaren oben genannten Fetten und Ölen oder durch unmittelbare Veresterung der vorher rein hergestellten Fettsäuren.

Die Einführung der Sulfogruppe in  $\alpha$ -Stellung erfolgt nach an sich bekannten Verfahren primär durch Umsetzung der entsprechenden Fettsäureester bzw. Fettsäureestergemische mit gasförmigem SO<sub>3</sub>. Die erhaltenen Verbindungen werden nach an sich bekannten Verfahren weiterverarbeitet, d.h. beispielsweise gebleicht und neutralisiert.

In den erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Tensid-Konzentraten sind außer den genannten anionischen Tensiden auch nichtionische Tenside aus der Gruppe der linearen, aliphatischen Fettalkoholpolyglykolether enthalten. Derartige Fettalkoholpolyglykolether entstehen in an sich bekannten Verfahren durch Umsetzung langkettiger Fettalkohle mit Ethylenoxid im für das Produkt angestrebten Molverhältnis. Die verwendeten Fettalkohole weisen dabei eine Alkylkettenlänge von 10 bis 20 C-Atomen, bevorzugt von 10 bis 16 C-Atomen auf. Als derartige Fettalkohole kommen also Undecanol, Dodecanol, Tridecanol, Tetradecanol, Pentadecanol, Hexadecanol, Heptadecanol, Octadecanol, Nonadecanol oder Eicosanol in Frage.

Die genannten linearen aliphatischen Fettalkohole sind mit Ethylenoxid im Molverhältnis 1:3 bis 1:15 ethoxyliert, so daß der durchschnittliche Gehalt an Ethoxygruppen im Molekül des Fettalkoholpolyglykolethers im Bereich von 3 bis 15 Ethoxygruppen pro Molekül liegt. Bevorzugt wird ein Gehalt an Ethoxygruppen im Bereich von 3 bis 10 pro Molekül.

Die genannten Tenside aus den beiden Gruppen der anionischen und nichtionischen Tenside können einzeln oder in Mischungen miteinander als eine der Komponenten der erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Tensid-Konzentrate verwendet werden. Das Verhältnis der anionischen zu den nichtionischen Tensiden (Komponenten ( $\alpha$ ): Komponenten ( $\beta$ )) liegt dabei erfindungsgemäß im Bereich von 1:0,3 bis 1:3, bevorzugt im Bereich von 1:1 bis 1:2.

Insgesamt sind an Tensiden (Estersulfonate + nichtionische Tenside) in den Konzentraten 50 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten. Bevorzugt sind Konzentrate zu nennen, die die genannten Tenside in einer Menge von 50 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten.

Als weitere Komponente enthalten die erfindungsgemäßen Konzentrate eine oder mehrere gesättigte und/oder ungesättigte, lineare aliphatische Carbonsäuren. Darunter sind vor allem gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen zu verstehen. Derartige Fettsäuren können, wie auch die oben genannten Fettsäuren, aus natürlichen Quellen stammen oder aus diesen durch chemische Umsetzung bereits modifiziert sein. Als Fettsäuren kommen dabei insbesondere Caprylsäure, Pelargonsäure, Caprinsäure, Unde-Laurinsäure, Tridecansäure, cansäure, stinsäure, Pentadecansäure, Palmitinsäure, Margarinsäure, Strearinsäure, Nonadecansäure, Arachinsäure und Behensäure ais gesättigte Fettsäuren, Palmitoleinsäure, Ölsäure und Erucasäure sowie Linolsäure und Linolensäure als ungesättigte Fettsäuren in Frage. Bevorzugt werden als Fettsäurekomponente die aus der Talgfettspaltung zugängliche Ölsäure sowie Palmitinsäure, Stearinsäure und Linolsäure, d.h. Fettsäuren mit 16 und/oder 18 C-Atomen.

Die Menge an Fettsäure in den erfindungsgemäßen Konzentraten liegt im Bereich von 10 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, bevorzugt im Bereich von 15 bis 20 Gew.-%. Generell wirkt sich die Kettenlänge der zugesetzten Fettsäuren nicht wesentlich auf die Viskositätsveränderung der erfindungsgemäßen Konzentrate aus, d.h. alle Fettsäuren wirken im Prinzip gleich gut.

Gegebenenfalls können die erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Tensid-Konzentrate auch Wasser enthalten. Falls ein Wassergehalt vorgesehen ist, liegt dieser im Mengenbereich von 1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt im Bereich von 2 bis 5 Gew.-%. Dies bedeutet, daß die erfindungsgemäßen Konzentrate Produkte sind, die, je nach Wassergehalt, einen Gehalt an waschaktiver Substanz im Bereich von 90 bis 100 Gew.-% aufweisen.

Die erfindungsgemäßen Konzentrate mit den angegebenen Komponenten lassen sich mit Vorteil in Wasch-, Spül-und Reinigungsmitteln für Haushalts-und Industriezwecke verwenden. Dazu werden die Konzentrate üblichen Reinigungslaugen in Mengen von 1 bis 15 Gew.-% waschaktive Substanz, bezogen auf das Gesamtgewicht der Wasch-

50

20

30

, Spül-und Reinigungsmittel, zugesetzt. Die eingesetzte Menge hängt dabei von verschiedenen Parametern, wie Wasserhärte, Anwendungsbereich usw. ab.

Überraschenderweise zeigt sich, daß die unter Verwendung der erfindungsgemäßen Tensid-Konzentrate hergestellten Wasch-und Reinigungsmittel schon bei niedrigerem Gehalt an waschaktiver Substanz. verglichen mit dem Stand der Technik, gleich gute oder sogar bessere Waschergebnisse zeigen. ergibt So sich. daß schmittelformulierungen auf der Basis von Alkylbenzolsulfonaten mit 11 Gew.-% waschaktiver Substanz höchstens gleich gute, meistens aber deutlich schlechtere Waschergebnisse liefern als Waschmittel auf der Basis der durch die vorliegende Erfindung vorgeschlagenen estersulfonathaltigen Konzentrate bei niedrigen Gehalten an waschaktiver Substanz.

#### <u>Beispiele</u>

Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

Als Anionentensid (Komponente ( $\alpha$ )) wurde das pulverförmige technische Produkt Texin® ES 68 verwendet. Es enthielt 69 Gew.-% Talgfettsäuremethylestersulfonat-Natrium-Salz und 16 Gew.-% Disalz.

Die Viskosität der Tensid-Konzentrate wurde im Höppler-Viskosimeter gemessen.

#### Beispiel 1

Herstellung eines estersulfonathaltigen Konzentrates.

Das erfindungsgemäße estersulfonathaltige Tensid-Konzentrat wurde unter Verwendung des - (oben beschriebenen) Aniontensids "Texin® ES 68 in Pulverform" hergestellt.

48 g eines Anlagerungsproduktes von 7 Mol Ethylenoxid an ein Oleyl-/Cetylalkohol-Gemisch wurden im Gemisch mit Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure in unterschiedlicher Konzentration (s. Fig. 1) vorgelegt. In dieses Gemisch wurden 28 g Texin® ES 68 eingetragen und bei erhöhter Temperatur vollständig gelöst. Die Lösung wurde 1/2 h weitergerührt. Ihre Viskosität betrug bei 20 °C 1800 mPas.

#### Beispiel 2

Herstellung eines weiteren estersulfonathaltigen Tensid-Konzentrats unmittelbar aus dem sauren Estersulfonat.

44,5 g eines Anlagerungsproduktes von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetylalkohol und 27,0 g Kokos-/Plamkernöl-Fettsäure wurden vorgelegt und 23,5 g saures Estersulfonat in diese Mischung eingetragen und gelöst. Unter starkem Rühren wurden anschließend 5,0 g einer 50%igen Natronlauge-Lösung zugetropft. Unter leichter Wärmeentwicklung bildete sich das Alkalimetallsalz des Estersulfonats in diesem Gemisch. Die Viskosität der Mischung betrug 1650 mPas (20 °C).

#### Beispiel 3

Abhängigkeit der Viskosität von Temperatur und Fettsäuregehalt.

28 Gew.-Teile Texin® ES 68 in Pulverform wurden mit 48 Gew.-Teilen eines Anlagerungsproduktes von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetylalkohol vermischt. Der Mischung wurden portionsweise 5 bis 40 Gew.-Teile (s. Fig. 1) Kokos-/Plamkernöl-Fettsäure zugesetzt.

Wie sich aus Fig. 1 ergibt, sank der Wert für die Viskosität oberhalb eines Fettsäuregehaltes von ca. 10 Teilen stark ab. Fettsäurekonzentrationen oberhalb von 20 Teilen ergaben keine weitere Senkung der Viskosität.

Das Viskositätsverhalten in Abhängigkeit von dem Fettsäureghalt war auch im Meßbereich von 20 bis 40°C temperaturunabhängig: Wie sich aus Fig. 1 ergibt, wurden vergleichbare Absenkungen der Viskosität oberhalb eines Fettsäuregehaltes von ca. 10 Teilen gemessen.

Ein Zusatz von Wasser zu dem in Fig. 1 beschriebenen System ergab schon bei deutlich niedrigerer Fettsäurekonzentration eine Viskositätsabsenkung. Wie Fig. 2 zeigt, konnte z.T. schon bei niedrigen Fettsäurekonzentrationen (5 bis 15 Teile) eine Viskosität deutlich unter 10 000 mPas erreicht werden.

#### Beispiel 4

Abhängigkeit der Viskosität von der Art der im Konzentrat verwendeten Fettsäure.

Verschiedene Fettsäuretypen wurden auf ihre Wirkung in den erfindungsgemäßen Konzentraten überprüft. Eingesetzt wurden Fettsäuren unterschiedlicher Kettenlänge und Jodzahl in einer Konzentration von 19 Teilen, bezogen auf das Gesamtkonzentrat. Es wurden folgende Fettsäuren verwen-

20

30

45

det:

Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure, JZ = 16-22 Kokos-Fettsäure, JZ = 8-14, hydrierte Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure, JZ < 1, Capryl-/Caprinsäure, JZ = 0,1-1, Sojaöl-Fettsäure, JZ = 120-130, Olein, JZ = Laurinsäure, JZ < 0,1

Weitere Bestandteile der geprüften Konzentrate waren:

28 Teile Texin® ES 68 in Pulverform, 48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetylalkohol, 5 Teile Wasser.

Es zeigte sich, daß Jodzahl und Kettenlänge keinen wesentlichen Einfluß auf die Viskosität der erfindungsgemäßen Konzentrate haben.

#### Beispiel 5

Abhängigkeit der Viskosität vom Wassergehalt.

28 Gew.-Teile Texin® ES 68 in Pulverform wurden mit 48 Gew.-Teilen eines Anlagerungsproduktes von 7 Mol Ethylenoxid and Oleyl-/Cetylalkohol und 5 Gew.-Teilen bzw. 10 Gew.-Teilen bzw. 19 Gew.-Teilen Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure versetzt. In diese Mischungen wurden unterschiedliche Mengen Wasser eingetragen. Das Ergebnis ist den Figuren 3 bis 5 zu entnehmen. Wie sich in allen Fällen zeigte, durchlief die Viskosität der mit Wasser versetzten Mischungen ein Minimum, das bei niedrigem Fettsäuregehalt bei ca. 2,5 bis 5 Gew.-Teilen Wasser liegt (vgl. Fig. 3) und sich mit steigenden Fettsäuremengen zu niedrigeren Wassergehalten hin verschiebt (vgl. Fig. 4 und 5). Folglich ist bei höheren Fettsäuregehalten ein Wasserzusatz zu den erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Konzentraten nicht erforderlich.

#### Beispiel 6

#### Waschversuche

Mit den erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Tensidkonzentraten wurden Waschmittel zusammengestellt und hiermit Waschversuche im sogenannten "Launderometer" durchgeführt. Bei Waschtemperaturen von 30 bzw. 60 bzw. 90°C und einer Wasserhärte von 16°d wurden 8,2 g Gewebe (zwei Läppchen Testgewebe und 2 Läppchen Baumwoll-Füllgewebe) mit 10 Stahlkugeln im Launderometer 15 min gewaschen und anschließend 2

mal 2 min in kaltem Leitungswasser gespült. Das Flottenverhältnis betrug 1:12. Von den getrockneten und gebügelten Läppchen wurde der Weißgrad gemessen (ZEISS-Elrepho) und in % Remission - (R) angegeben.

Als Testgewebe wurden Läppchen aus Polyester/Baumwolle (LPBV) bzw. aus veredelter Baumwolle (LBV), jeweils mit Pigment/Hautfett angeschmutzt, verwendet.

Die jeweiligen Waschmittel wurden in einer Dosierung von 10 g pro Liter Lauge verwendet. Die Zusammensetzung der Waschmittel ist der nachfolgenden Tabelle zu entnehmen.

3 bis 8 Gew.-% anionisches Tensid (Alkylbenzolsulfonat = ABS; Estersulfonat = ES); 3 bis 5 Gew.-% nichtionisches Tensid:

- a) = Kokosfettalkohol + 7 Mol Ethylenoxid
- b) = Oleyl/Cetylalkohol + 7 Mol Ethylenoxid
- c) = Gemisch aus 10 Gew.-% a) + 75 Gew.-% b) + 15 Gew.-% Oleyl/Cetylalkohol + 70 Mol Ethylenoxid 2 Gew.-% Seife, berechnet als Talgfettsäure

26 Gew.-% Natriumtripolyphosphat 1 Gew.-% Carboxymethylcellulose 5 Gew.-% Natriumwasserglas 1:3,35 Natriumsulfat ad 100 Gew.-%

Art und Menge des eingesetzten Aniontensids und des nichtionischen Tensids sind den Fig. 6 bis 11 zu entnehmen.

Wie sich im einzelnen zeigte, sind Waschmittel mit den erfindungsgemäßen estersulfonathaltigen Konzentraten hinsichtlich der Waschergebnisse mit den Waschmitteln des Standes der Technik vergleichbar. Die Gehalte an waschaktiver Substanz können bei Verwendung der erfindungsgemäßen Konzentrate in den Waschmitteln ohne Einbuße an Waschkraft niedriger sein und liegen beispielsweise bei 8 % waschaktiver Substanz (3 % Estersulfonat und 5 % Niotensid) bzw. 10 % waschaktiver Substanz (5 % Estersulfonat und 5 % Niotensid).

#### Beispiel 7

Ein Gemisch aus 33 Gewichtsteilen Texin ® ES 68 in Pulverform (entsprechend 23 Gewichtsteilen Estersulfonat) 36 Gewichtsteilen C<sub>12/18</sub>-Fettalkohol + 10 Mol Ethylenoxid, 27 Gewichtsteilen C <sub>8/18</sub>-Fettsäure und 4 Gewichtsteilen Wasser ergab ein Konzentrat mit einer Viskosität von 8500 mPas.

6

#### **Ansprüche**

- 1. Estersulfonathaltige Tensid-Konzentrate, enthaltend
- (a) ein oder mehrere Tenside in einer Menge von 50 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, aus den Gruppen
- (α) Alkalisalze α-sulfonierter Fettsäurealkylester aus Fettsäuren mit 16 und/oder 18 C-Atomen und Alkoholen mit 1 bis 8 C-Atomen im Alkylrest und
- ( $\beta$ ) lineare aliphatische Fettalkoholpolygly-kolether mit 10 bis 20 C-Atomen im Alkylrest des Alkohols und 3 bis 15 Ethoxygruppen im Molekül, wobei das Verhältnis der Tensidkomponenten ( $\alpha$ ): ( $\beta$ ) im Bereich von 1:0,3 bis 1:3 liegt.
- (b) ein oder mehrere gesättigte und/oder ungesättigte lineare aliphatische Carbonsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen in Mengen von 10 bis 30 Gew.%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, sowie
- (c) Wasser in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate.
- 2. Konzentrate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Alkalisalze  $\alpha$ -sulfonierter Fettsäurealkylester bevorzugt Natrium-oder Kaliumsalze der Ester enthalten.
- 3. Konzentrate nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie Natrium-und/oder Kaliumsalze  $\alpha$ -sulfonierter Fettsäuermethylester aus Fettsäuren mit 16 und/oder 18 C-Atomen enthalten.
- 4. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie Fettalkoholpolyglykolether mit 10 bis 16 C-Atomen im Alkylrest des Fettalkohols enthalten.
- 5. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie Fettalkoholpolyglykolether mit 3 bis 10 Ethoxygruppen im Molekül enthalten.
- 6. Konzentrate nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie Fettalkoholpolyglykolether mit 7 Ethoxygruppen im Molekül enthalten.
- 7. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß sie Aniontenside ( $\alpha$ ) und nichtionische Tenside ( $\beta$ ) in einem Verhältnis 1 : 1 bis 1 : 2 enthalten.
- 8. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine oder mehrere Tenside in einer Menge von 50 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten
- 9. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine oder mehrere gesättigte lineare Carbonsäuren mit 12 bis 18 C-Atomen enthalten.

- 10. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine oder mehrere gesättigte Fettsäuren in Mengen von 15 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten.
- 11. Konzentrate nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß sie Wasser in Mengen von 1 bis 10, vorzugsweise von 2 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Konzentrate, enthalten.
- 12. Verwendung von Konzentraten nach Ansprüchen 1 bis 11 in Wasch-, Spül-und Reinigungsmitteln für Haushalts-und Industriezwecke in Mengen von 1 bis 15 % waschaktive Substanz, bezogen auf das Gesamtgewicht der Wasch-, Spül-und Reinigungsmittel.

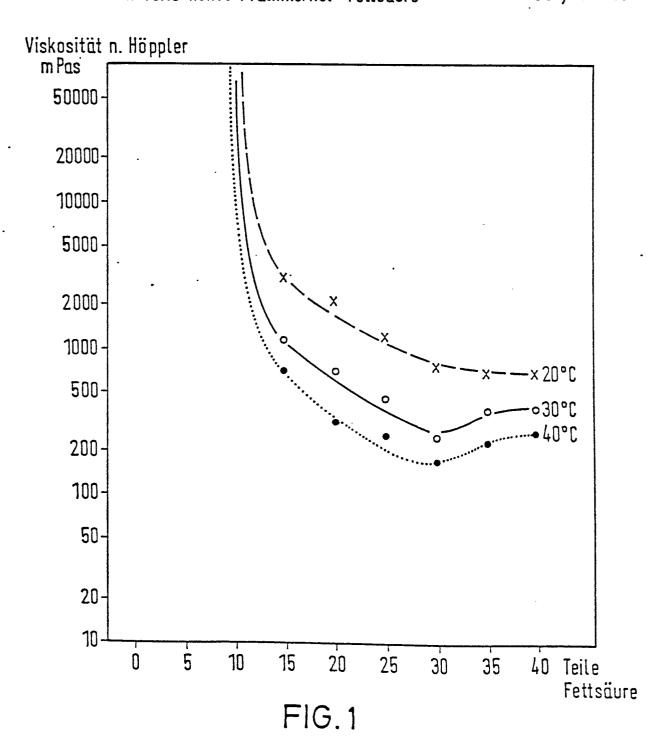
7

30

40

## Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Fettsäuregehalt

REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Natrium
48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/
x Teile Kokos-/Palmkernöl - Fettsäure Cetylalkohol



# Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Fettsäuregehalt

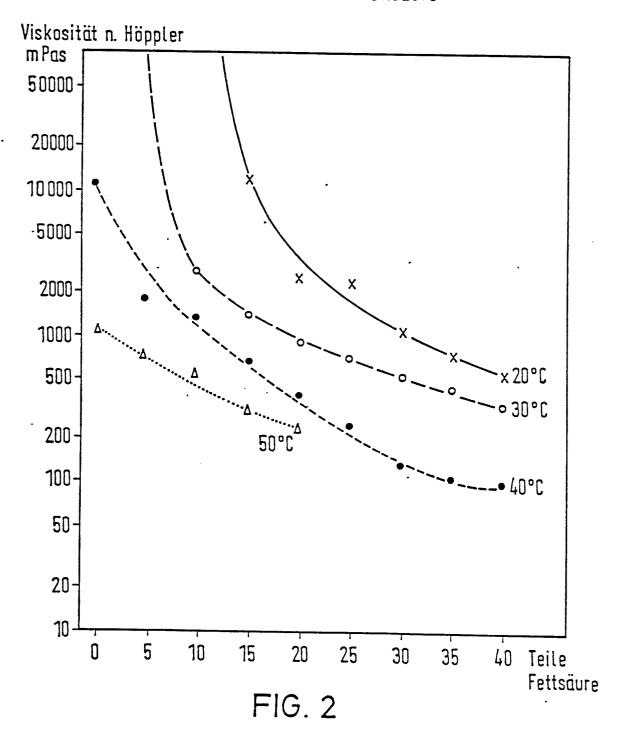
REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Natrium

48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetyl-

5 Teile Wasser

alkohol

x Teile Kokos - / Palmkernöl - Fettsäure



# Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Wassergehalt

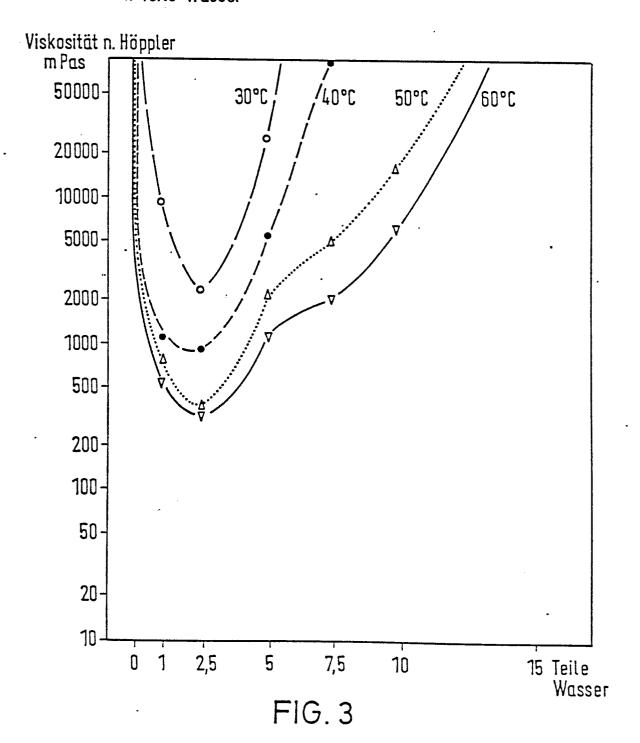
REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Natrium

48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetyl-

5 Teile Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure

alkohól

x Teile Wasser



### Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Wassergehalt

REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Natrium

48 Teile Anlagerungprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetyl-

10 Teile Kokos-/Palmkernöl-Fettsäure

alkohol

x Teile Wasser

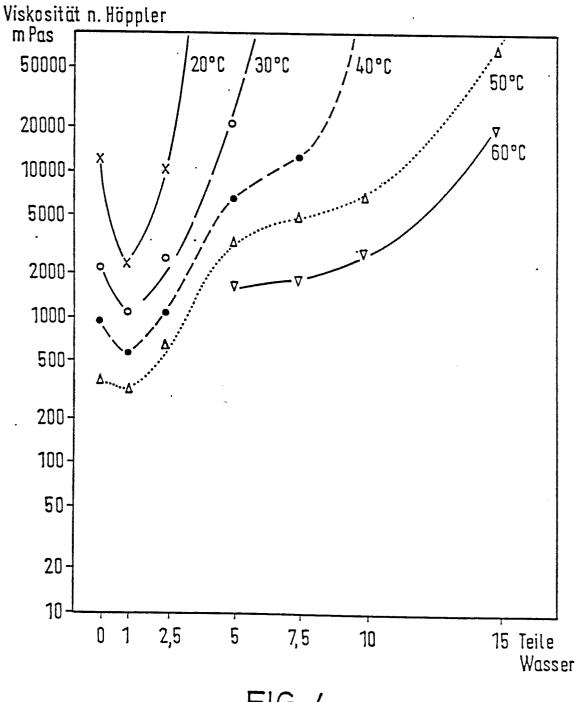


FIG. 4

## Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur und vom Wassergehalt

REZEPTUR: 19 Teile Talgfettsäuremethylestersulfonat - Natrium

48 Teile Anlagerungsprodukt von 7 Mol Ethylenoxid an Oleyl-/Cetyl-

19 Teile Kokos -/ Palmkernöl - Fettsäure

alkohól

x Teile Wasser

