

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **87112670.2**

51 Int. Cl.4: **C11D 1/83 , C11D 3/20**

22 Anmeldetag: **31.08.87**

30 Priorität: **08.09.86 DE 3630533 .**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.03.88 Patentblatt 88/11

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

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

72 Erfinder: **Wegener, Ingo**
Am Falder 20
D-4000 Düsseldorf 13(DE)
Erfinder: **Meffert, Alfred, Dr.**
Marie-Curie-Strasse 10
D-4019 Monheim(DE)
Erfinder: **Kischkel, Dittmar**
Bahlenstrasse 170
D-4000 Düsseldorf 13(DE)

54 **Neue Tensidgemische und ihre Verwendung.**

57 Ein aus (1) 50 bis 65 Gew.-% Fettalkoholethoxylat der Formel $C_{12-18}(EO)_{9-11}$, (2) 5 bis 15 Gew.-% C_{16-18} -Fettalkoholsulfat in Form des Natriumsalzes, (3) 4 bis 15 Gew.-% C_{12-16} -Alkansulfonat in Form des Alkalisalzes und/oder n-Octylsulfosuccinat-dinatriums und (4) 5 bis 13 Gew.-% einer freien C_{16-18} -Fettsäure bestehendes Tensidgemisch mit einem Wassergehalt von höchstens 20 Gew.-% ist bei Raumtemperatur gieß- und pumpfähig und weist bei einem Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln gute Wasch- und Benetzungseigenschaften auf.

EP 0 259 741 A2

"Neue Tensidgemische und ihre Verwendung"

Der überwiegende Teil der heute im Handel befindlichen rieselfähigen, insbesondere pulverförmigen Textilwaschmittel wird auf dem Wege der Sprühtrocknung oder wenigstens unter Mitverwendung von sprühgetrockneten Komponenten hergestellt. Eine bekannte Technologie ist dabei insbesondere das sogenannte Sprühmischverfahren. Hier wird ein substantieller Anteil des fertigen Wasch- und Reinigungsmittelgemisches auf dem Wege des Sprühverfahrens in ein rieselfähiges bzw. pulverförmiges Material umgewandelt, dem dann die restlichen Komponenten des fertigen Waschmittels zugesetzt werden. Bekannt ist es dabei insbesondere, den Builderanteil - gewünschtenfalls zusammen mit Neutralsalzen - auf dem Wege der Sprühtrocknung als pulverförmiges Festprodukt zu gewinnen und dann die Tensidkomponenten dem so vorbereiteten pulverförmigen Material zuzusetzen.

Überragende Bedeutung kommt bei den Tensidkomponenten heute auf der Seite der anionischen Tensidkomponenten dem Alkylbenzolsulfonat (ABS) zu, das in Form seines Natriumsalzes Verwendung findet und üblicherweise zusammen mit nichtionischen Tensiden, beispielsweise Alkoholethoxylaten, verwendet wird.

Bei der Einarbeitung solcher Tensidgemische durch Einmischen in vorgebildete pulverförmige Waschmittelbestandteile muß darauf geachtet werden, daß im Fertigprodukt der riesel- bzw. fließfähige Pulverzustand hinreichend erhalten bleibt. Für den Einsatz von heute großtechnisch üblichen Tensiden bzw. Tensidgemischen, insbesondere solchen der zuvor geschilderten Art auf Basis von ABS in Abmischung mit Neotensiden, besteht eine praktische Grenze bei etwa 12 Gew.-% Tensidanteil im Gesamtwaschmittel. Bei höheren Tensidgehalten wird insbesondere beim Sprühmischverfahren das Fertigprodukt leicht klebrig. Es tritt dann eine unerwünschte Veränderung der Fließ- bzw. Rieseleigenschaften im Fertigprodukt ein.

Die Erfindung geht von der Aufgabenstellung aus, neue Tensidgemische zur Verfügung zu stellen, die sowohl fertigungstechnisch leicht zu verarbeiten sind, auch beim Einsatz in höheren Konzentrationen als zuvor angegeben, die Rieselfähigkeit eines fertigen Waschpulvers nicht negativ beeinflussen und darüber hinaus im waschtechnischen Ergebnis mit den vorbekannten Stoffgemischen wenigstens vergleichbare Leistungen zeigt. Die Erfindung geht dabei insbesondere von der Aufgabe aus, Tensidgemische der geschilderten Art zur Verfügung zu stellen, die bei Raumtemperatur gieß- bzw. pumpfähig sind und infolgedessen eine besonders einfache Einarbeitung in vorgebildete pulverförmige Bestandteile eines Gesamtwaschmittels zu gewährleisten. Gleichzeitig sollen aber trotz dieser fließfähigen Beschaffenheit der Tensidgemische die fertigen Waschpulver bei hohem Tensidgehalt keine unerwünschte Klebrigkeit und damit keine Einschränkung ihrer Fließ- bzw. Rieselfähigkeit besitzen.

Die technische Lösung der erfindungsgemäßen Lehre geht von der überraschenden Feststellung aus, daß das nachfolgende Tensidmehrkomponentengemisch bei Raumtemperatur, also beispielsweise im Bereich um etwa 20 °C - aber auch bei noch niedrigeren Temperaturen - fließ- und pumpfähig ist und damit leicht in vorgefertigte pulverförmige Mischungsanteile des fertigen Waschmittels eingearbeitet werden kann. Trotz dieser fließfähigen Beschaffenheit zeigen die fertigen Waschmittel auch bei Einarbeitung von bis zu 20 Gew.-% der fließfähigen Tensidmischung keine Anzeichen unerwünschter Klebrigkeit, so daß der angestrebte Zustand gut riesel- bzw. fließfähiger trockener Waschmittel voll erhalten bleibt.

Gegenstand der Erfindung sind dementsprechend in einer ersten Ausführungsform bei Raumtemperatur gieß- und pumpfähige wasserarme Tensidgemische mit hoher Netz- und Waschkraft bei ihrer Verwendung in Wasch- und Reinigungsmitteln des Textilbereichs, wobei diese Tensidgemische dadurch gekennzeichnet sind, daß sie bei einem Wassergehalt von nicht mehr als etwa 20 Gew.-% - bezogen auf das wasserhaltige Tensidgemisch - im wesentlichen bestehen aus

- k1) 50 - 65 Gew.-% eines Fettalkoholethoxylats C₁₂₋₁₈(EO)₉₋₁₁
- 2) 5 - 15 Gew.-% eines C_{16/18}-Talgalkoholsulfats in Form seines Alkalisalzes, insbesondere Natriumsalzes
- 3) 4 - 15 Gew.-% eines C₁₂₋₁₆-Alkansulfonat-natriumsalzes und/oder des n-Octylsulfosuccinat-dinatriumsalzes sowie
- 4) 5 - 13 Gew.-% freier C_{16/18}-Fettsäure

Bevorzugt beträgt der Wassergehalt dieses Mehrstoffgemisches nicht mehr als etwa 15 Gew.-% und insbesondere höchstens etwa 10 - 15 Gew.-% - wiederum bezogen auf das wasserhaltige Tensidgesamtgemisch.

Innerhalb der Komponente 1 sind Ethoxylate mit 10 EO, innerhalb der Komponente 3 Alkansulfonate bevorzugt. Die bevorzugten Mengenbereiche - jeweils wieder angegeben als Gew.-% bezogen auf das wasserhaltige Tensidgemisch - für die Komponenten zu 1 - 4 sind dabei die folgenden:

Komponente zu 1: 57 - 62 Gew.-%

5 Komponente zu 2: 7 - 10 Gew.-%

Komponente zu 3: 8 - 12 Gew.-% sowie

Komponente zu 4: 6 - 10 Gew.-%.

Ein für die Praxis ganz besonders geeignetes Wirkstoffgemisch kann etwa die folgende Zusammensetzung haben - Prozentangaben auch hier verstanden als %-Aktivsubstanz bezogen auf wasserhaltiges

10 Tensidgesamtgemisch -

etwa 60 Gew.-% Komponente zu 1,

8,5 - 9 Gew.-% Komponente zu 2,

9 - 10 Gew.-% Komponente zu 3 und

8 Gew.-% Komponente zu 4

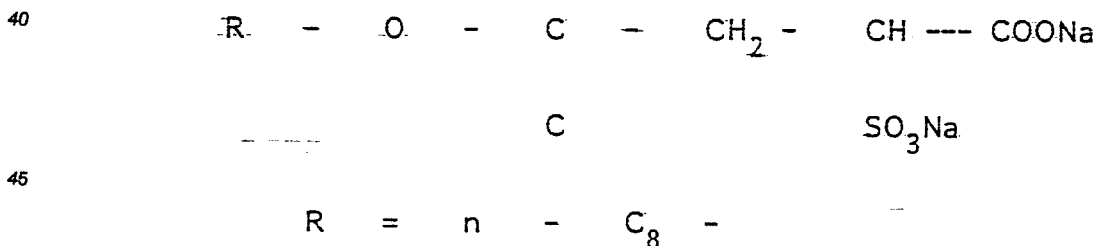
15 sowie zum Rest Wasser.

Es ist tatsächlich außerordentlich überraschend, daß derart wasserarme Tensidmischungen der angegebenen Art bei Raumtemperatur als gießfähige bzw. pumpfähige flüssigkeitsartige Massen vorliegen. Die mengenmäßig weitaus überwiegende Komponente zu 1 ist bei Raumtemperatur fest und hat einen Schmelzpunkt, der etwa im Bereich von 30 °C liegt. Auch die Talgalkoholsulfatsalze (Komponente zu 2) sind bei Raumtemperatur feste Verbindungen mit Schmelzpunkten im Bereich von 55 - 60 °C. Freie Talgfettsäure (Komponente zu 4) besitzt einen Schmelzpunkt im Bereich von etwa 55 °C. Schließlich sind aber auch die Komponenten zu 3 als Salze fest. Es war keineswegs zu erwarten, daß der Einbau geringer Wassermengen in solche Tensidgemische insgesamt dazu führt, daß sich hier unter Normalbedingungen pumpfähige fließ- und gießfähige Massen bilden.

25 Bei der Einarbeitung solcher Tensidgemische in vorgebildete rieselfähige bzw. pulverförmige Waschmittelbestandteile werden bis zu 20 Gew.-% - bezogen auf das fertige Waschmittel - des fließfähigen Tensidgemisches aufgenommen, ohne daß es zu einer Beeinträchtigung der rieselfähigen Feststoffbeschaffenheit des in dieser Form vorgebildeten Waschmittelanteiles kommt. Offensichtlich wird der geringe Feuchtigkeitsanteil aus den erfindungsgemäß eingesetzten Tensidgemischen von dem in Pulverform vorgebildeten Waschmittelanteil aufgenommen, ohne die pulvrigen Eigenschaften insgesamt zu beeinträchtigen, gleichzeitig geht aber die Gieß- bzw. Fließfähigkeit des erfindungsgemäßen Tensidgemisches verloren, so daß das insgesamt pulverförmige rieselfähige Gut anfällt.

30 Geeignete ethoxylierte Fettalkohole sind solche mit 12 - 18 Kohlenstoffatomen und 9 - 11, vorzugsweise 10 EO-Gruppen. C₁₂₋₁₈-Talgulfatsalze leiten sich von Cetylalkohol-Stearylalkohol-Gemischen ab. Alkansulfonat-Natriumsalze leiten sich von einem 12 - 16 Kohlenstoffatome aufweisenden n-Paraffin ab. Die Talgfettsäure (Komponente zu 4) besteht im wesentlichen aus Palmitinsäure, Stearinsäure und Ölsäure.

Die neben oder an Stelle des Alkansulfonatsalzes im Rahmen der Komponente zu 3. verwendbaren n-Octylsulfosuccinat-dinatriumsalze sind bekanntlich Verbindungen der allgemeinen Formel



in der R einen geradkettigen C₈-Alkylrest darstellt. Auch diese Produkte sind im Handel erhältlich.

50 Die Erfindung betrifft in einer weiteren Ausführungsform die Verwendung der zuvor angegebenen Tensidgemische bei der Herstellung von rieselfähigen, insbesondere pulverförmigen Textilwaschmitteln in wenigstens anteilsweisem Austausch gegen deren übliche Tensidkomponenten auf Basis von ABS in Abmischung mit Alkoholethoxylaten. In dieser Ausführungsform der Erfindung werden dabei die neuen Tensidgemische insbesondere im Rahmen der Herstellung von rieselfähigen Textilwaschmitteln nach dem Sprühmischverfahren eingesetzt, wobei - wie bereits angegeben - das fertige rieselfähige Waschmittel bis zu 20 Gew.-% des bei Raumtemperatur fließfähigen Tensidgemisches enthalten kann.

Die im Sinne dieses erfindungsgemäßen Verwendungsgedankens erhaltenen Waschmittel zeichnen sich durch hervorragende waschtechnische Eigenschaften aus. Das gilt sowohl für Waschmittel, die konventionelle Buildersysteme auf Basis von STP enthalten, als auch für die heute gewünschten Waschmittelformulierungen, die phosphorfrei sind und beispielsweise als Hauptbuilderbestandteil Zeolith NaA enthalten.

Die erfindungsgemäßen Tenside bzw. Tensidgemische sind ökologisch unbedenklich, d. h. ihre Toxizität gegenüber den im Wasser lebenden Organismen ist besonders gering und ihre biologische Abbaufähigkeit sehr gut. Sie stellen auch insoweit eine wichtige Bereicherung der hier betroffenen technologischen Möglichkeiten dar.

10

Beispiel

Es wurde das nachfolgend beschriebene Wirkstoffgemisch zusammengestellt. Das Fettalkoholethoxylat (C₁₂₋₁₈-Fettalkohol + 10 EO aus Cocosalkohol) und die freie Talgfettsäure (Palmitinsäure-Stearinsäure-Ölsäure-Gemisch) waren wasserfreie Wirkstoffsubstanzen (AS = 100), während das C₁₆₋₁₈-Talgalkoholsulfat-Natriumsalz sowie das C₁₂₋₁₆-Alkansulfonat-Natriumsalz in wasserhaltiger Form eingesetzt wurden. In der nachfolgenden Tabelle sind hier in Klammern die Prozentgehalte an Aktivsubstanz (AS) beigefügt.

20

<u>Erfindungsgemäßes Tensidgemisch</u>		Fettalkohol-EO	60 Gew.-%
Talgalkoholsulfat	16 Gew.-%	(8,8 Gew.-% AS)	
Alkansulfonat	16 Gew.-%	(9,6 Gew.-% AS)	
25 Talgfettsäure	8 Gew.-%		

Die Viskosität dieses Wirkstoffgemisches wird in einem Höppler-Viskosimeter über den Temperaturbereich von 20 bis 50 °C bestimmt, wobei eine schrittweise Temperatursteigerung von jeweils 5 °C gewählt wird.

Für das bei Raumtemperatur viskos-flüssige Wirkstoffgemisch wurden die folgenden Viskositätswerte bestimmt:

	°C	Ki 2
35	20	14.360 mpas
	25	371 mpas
40	30	241 mpas
	35	176 mpas
	40	141 mpas
45	45	112 mpas
	50	88 mpas

Das Waschverhalten des erfindungsgemäßen Tensidgemisches wurde durch Bestimmung in der Launderometer-Wäsche unter den folgenden Verfahrensbedingungen ermittelt:

30 Minuten Behandlung im Launderometer bei 60 °C, Konzentration des eingesetzten Waschmittels 7 g/l, Härte des zur Flottenbereitung eingesetzten Wassers 16 °dH.

55

Als Waschmittel wurde dabei die folgende Wirkstoffkombination verwendet:

10 Gew.-% erfindungsgemäßes Tensidgemisch

22 Gew.-% Natrium-Tripolyphosphat

15 Gew.-% Zeolith NaA

5 Gew.-% Wasserglas

20 Gew.-% Natriumperborat

28 Gew.-% Natriumsulfat

Gewaschen wurden in aufeinander folgenden Versuchen angeschmutzte Standard-Testlappen (Staub/Hautfett-Anschmutzungen) auf Basis Baumwolle, nicht veredelt (B), Polyester-Baumwolle-Mischgewebe, veredelt (PBV) sowie Baumwolle, veredelt (BV).

Die Remissionswerte der verschmutzten Standard-Testlappen waren wie folgt bestimmt worden:

B = 39,5

PBV = 28,0

BV = 27,6

Die nach dem Waschen, Spülen und Trocknen an den gewaschenen Testgeweben ermittelten Remissionswerte (Doppelbestimmung) wurden wie folgt bestimmt:

B64,0 / 64,9

PBV85,4 / 83,5

BV58,3 / 55,5

Ansprüche

1. Bei Raumtemperatur gieß- und pumpfähiges wasserarmes Tensidgemisch mit hoher Netz- und Waschkraft bei seiner Verwendung in Wasch- und Reinigungsmitteln des Textilbereichs, dadurch gekennzeichnet, daß es bei einem Wassergehalt von höchstens etwa 20 Gew.-% im wesentlichen besteht aus

1) 50 - 65 Gew.-% eines Fettalkoholethoxylats $C_{12-18}-(EO)_{9-11}$

2) 5 - 15 Gew.-% eines Alkalisalzes eines $C_{18/18}$ -Talgalkoholsulfats,

3) 4 - 15 Gew.-% eines C_{12-16} -Alkansulfonat-natriumsalzes und/oder des n-Octylsulfosuccinat-dinatriumsalzes, sowie

4) 5 - 13 Gew.-% freier $C_{18/18}$ -Fettsäure,

Gew.-% jeweils bezogen auf Gesamtgewicht des wasserhaltigen Tensidgemisches.

2. Tensidgemisch nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es die waschaktiven Komponenten in den folgenden Mengenbereichen enthält:

Komponente zu 1. 57 - 62 Gew.-%

Komponente zu 2. 7 - 10 Gew.-%

Komponente(n) zu 3. 8 - 12 Gew.-%

Komponente zu 4. 6 - 10 Gew.-%

wobei der Wassergehalt des Gemisches vorzugsweise nicht mehr als 15 Gew.-% beträgt.

3. Tensidgemisch nach den Ansprüchen 1 und 2, worin die Komponente (1) 10 EO-Gruppen aufweist.

4. Tensidgemisch nach den Ansprüchen 1 und 2, worin die Komponente (2) als Natriumsalz vorliegt.

5. Tensidgemisch nach den Ansprüchen 1 und 2, worin die Komponente (3) aus dem Alkansulfonat-Natriumsalz besteht.

6. Verwendung der Tensidgemische nach den Ansprüchen 1 bis 5 bei der Herstellung von rieselfähigen, insbesondere pulverförmigen Textilwaschmitteln in wenigstens anteilsweisem Austausch gegen deren übliche Tensidkomponenten auf Basis ABS in Abmischung mit Alkoholethoxylaten.

7. Ausführungsform nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Tensidgemisch im Rahmen der Herstellung von rieselfähigen Textilwaschmitteln nach dem Sprühmischverfahren verwendet wird.

8. Ausführungsform nach den Ansprüchen 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß bis zu 20 Gew.-% des bei Raumtemperatur fließ- und pumpfähigen Tensidgemisches - bezogen auf rieselfähiges Gesamtwaschmittel - eingesetzt werden.