

Europäisches Patentamt European Patent Office Office européen des brevets



EP 0 780 464 A2 (11)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG (12)

(43) Veröffentlichungstag: 25.06.1997 Patentblatt 1997/26 (51) Int. Cl.6: C11D 1/94, C11D 11/00

(21) Anmeldenummer: 96119947.8

(22) Anmeldetag: 12.12.1996

(84) Benannte Vertragsstaaten: **DE ES FR GB IT**

(30) Priorität: 21.12.1995 DE 19548068

(71) Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien 40589 Düsseldorf-Holthausen (DE)

(72) Erfinder:

- · Neuss, Michael, Dr. 50997 Köln (DE)
- · Schmid, Karl Heinz, Dr. 40822 Mettmann (DE)
- · Bornträger, Andrea 42781 Haan (DE)
- (54)Verfahren zur Herstellung hellfarbiger, niedrigviskoser Tensidkonzentrate
- Es wird ein neues Verfahren zur Herstellung von niedrigviskosen, hellfarbigen Tensidkonzentraten vorgeschlagen, bei dem man
 - (a1) Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside und/oder
 - (a2) Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide und
 - (b) Betaintenside

im Gewichtsverhältnis a : b von 90 : 10 bis 10 : 90 vermischt, mit der Maßgabe, daß die Einsatzstoffe in der Gelphase vorliegen.

EP 0 780 464 A2

Beschreibung

5

10

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hellfarbiger, niedrigviskoser Tensidkonzentrate durch Vermischen von Zuckertensiden und Betainen in der Gelphase.

Stand der Technik

Alkyloligoglykoside, insbesondere Alkyloligoglucoside, stellen nichtionische Tenside dar, die infolge ihrer ausgezeichneten Detergenseigenschaften und hohen ökotoxikologischen Verträglichkeit zunehmend an Bedeutung gewinnen. Herstellung und Verwendung dieser Stoffe sind gerade in letzter Zeit in einer Reihe von Übersichtsartikeln dargestellt worden von denen stellvertretend die Veröffentlichungen von H.Hensen in Skin Care Forum, 1, (Okt.1992), D.Balzer und N.Ripke in Seifen-Öle-Fette-Wachse 118, 894 (1992) und B.Brancq in Seifen-Öle-Fette-Wachse 118, 905 (1992) genannt werden sollen. Ähnlich vorteilhafte Eigenschaften sind von einer zweiten Gruppe von Zuckertensiden, den Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamiden, insbesondere den Fettsäure-N-alkylglucamiden, bekannt.

In mancher Hinsicht ist der Einsatz von Zuckertensiden jedoch mit Problemen behaftet. So lassen sich beispielsweise keine pumpfähigen wäßrigen Konzentrate mit einem Feststoffgehalt oberhalb von 40 Gew.-% herstellen, ohne daß es im Zuge der Aufkonzentrierung zu einer partiellen Zersetzung der Zuckerkomponente kommt. Diese Eigenschaft haben die Glykoside und Glucamide übrigens mit den meisten anionischen Tensiden gemeinsam, die oberhalb eines Aktivsubstanzgehaltes von etwa 35 Gew.-% eine zähflüssige Gelphase bilden. Die Zuckertenside zeigen ferner die Tendenz, im Laufe einer Lagerung bei niedrigen Temperaturen zu kristallisieren, was ihre weitere Verwendung signifikant erschwert.

Die gemeinsame Verwendung von Zuckertensiden der genannten Typen zusammen mit amphoteren bzw. zwitterionischen Tensiden vom Betaintyp in oberflächenaktiven Mitteln ist aus dem Stand der Technik grundsätzlich bekannt.

Erstmalig offenbart werden Mischungen von - allerdings kurzkettigen - Alkylglucosiden und Alkylamidobetainen bzw. Imidazoliniumbetainen in einem Aufsatz von G. Proserpio et al. in Rivista Italiana 56, 567 (1974). In der EP-A 0 075 994 (Procter & Gamble) werden Kombinationen von Alkylglucosiden mit Aminoxiden, ungesättigten Seifen, wasserlöslichen Buildem und ausgewählten Aniontensiden offenbart. Die Mischungen können ferner amphotere Tenside, beispielsweise Betaine vom Typ des 6-(-N-dodecylbenzyl-N,N-dimethylammonium)hexanoats enthalten. Aus der US 4,668,422 (Henkel Corp.) sind Flüssigseifen und Schaumbäder mit einem Gehalt an Alkylglucosiden, Betainen und Aminoxiden bekannt. Gegenstand der EP-A 0 250 181 (Helene Curtis) sind Flüssigwaschmittel, enthaltend Alkylglucoside, anionische Tenside und ausgewählte amphotere Tenside mit Betainstruktur. In der EP-A 0 341 071 (Unilever) werden Tensidkombinationen offenbart, enthaltend Alkylglucoside, Alkylsulfate, Betaine und/oder Aminoxide und gegebenenfalls Alkanolamide. Manuelle Geschirrspülmittel, enthaltend Alkylglucoside, Fettalkoholsulfate, Fettalkoholethersulfate und Betaine sind aus den Schriften EP-A 0 513 138, DE-A1 42 34 487 und DE-A1 43 11 114 (alle Henkel) bekannt. In der EP-A 0 453 238 (Unilever) werden milde Shampoos auf Basis von Alkylglucosiden, anionischen Tensiden und Betainen beschrieben. Die EP-A 0 508 507 (Berol Nobel) betrifft schließlich Flüssigwaschmittel mit einem Gehalt an Alkylglucosiden, anionischen Tensiden und ausgewählten amphoteren Tensiden mit Betainstruktur. Alle diese Druckschriften haben jedoch verdünnte wäßrige Tensidgemische oder Mittel und keine Konzentrate zum Gegenstand.

Auch die Verwendung der Feftsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide ist Gegenstand einer Vielzahl von Veröffentlichungen. Aus der Europäischen Patentanmeldung EP-A1 0 285 768 (Hüls) ist beispielsweise ihr Einsatz als Verdikkungsmittel bekannt. In der Französischen Offenlegungsschrift FR-A 1 580 491 (Henkel) werden wäßrige Detergensgemische auf Basis von Sulfaten und/oder Sulfonaten, Niotensiden und gegebenenfalls Seifen beschrieben, die Fettsäure-N-alkylglucamide als Schaumregulatoren enthalten. Mischungen von kurz- und längerkettigen Glucamiden werden in der Deutschen Patentschrift DE-C1 44 00 632 (Henkel) beschrieben. In den Deutschen Offenlegungsschriften DE-A1 42 36 958 und DE-A1 43 09 567 (Henkel) wird ferner über den Einsatz von Glucamiden mit längeren Alkylresten als Pseudoceramide in Hautpflegemitteln sowie über Kombinationen von Glucamiden mit Proteinhydrolysaten und kationischen Tensiden in Haarpflegeprodukten berichtet.

Gegenstand der Internationalen Patentanmeldungen WO 92/06153; WO 92/06156; WO 92/06157; WO 92/06158; WO 92/06159 und WO 92/06160 (Procter & Gamble) sind Mischungen von Fettsäure-N-alkylglucamiden mit anionischen Tensiden mit Sulfat- und/oder Sulfonatstruktur, Ethercarbonsäuren, Ethersulfaten, Methylestersulfonaten und nichtionischen Tensiden. Die Verwendung dieser Stoffe in den unterschiedlichsten Wasch-, Spül- und Reinigungsmitteln wird in den Internationalen Patentanmeldungen WO 92/06152; WO 92/06154; WO 92/06155; WO 92/06161; WO 92/06162; WO 92/06164; WO 92/06170; WO 92/06171 und WO 92/06172 (Procter & Gamble) beschrieben.

Im Markt besteht ein Bedürfnis nach konzentrierten Tensidmischungen auf Basis von Alkyl- und/oder Alkenyloligoglucosiden, die bei einem Feststoffgehalt oberhalb von 30 Gew.-% und vorzugsweise von etwa 40 bis 60 Gew.-%

fließ- und pumpfähig sind sowie eine signifikant verminderte Kristallisationsneigung, d.h. eine verbesserte Lagerstabilität aufweisen. Da derartige Tensidcompounds überwiegend in Handgeschirrspülmitteln und Haarshampoos Verwendung finden, ist die hautkosmetische bzw. dermatologische Verträglichkeit ebenfalls überaus wichtig.

Die Tensidkonzentrate stellen für Hersteller und Anwender eine besonders vorteilhafte Handelsform dar, da sie hinsichtlich ihres Wassergehaltes minimiert worden sind und somit geringere Kosten bei Transport und Lagerung verursachen. Gleichwohl ist erwünscht, daß die Tensidkonzentrate bei Einsatz in den Endformulierungen, die naturgemäß stark verdünnt sind und einen Feststoffgehalt von 20 bis 30 Gew.-% aufweisen, eine ausreichend hohe Viskosität aufweisen bzw. sich problemlos unter Einsatz bekannter Zusatzstoffe verdicken lassen.

Die komplexe Aufgabe der Erfindung hat somit darin bestanden, hellfarbige, pumpfähige wäßrige Tensidkonzentrate mit guter hautkosmetischer Verträglichkeit auf Basis von Alkylglykosiden bzw. Fettsäureglucamiden und Betainen zur Verfügung zu stellen, die sich durch eine hohe Lagerstabilität auszeichnen, eine Viskosität nach Brookfield von maximal 10.000 mPas sowie einen Feststoffgehalt von 40 bis 60 Gew.-% aufweisen.

Beschreibung der Erfindung

15

20

25

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen, niedrigviskosen Tensidkonzentraten, bei dem man

- (a1) Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside und/oder
- (a2) Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide und
- (b) Betaintenside

im Gewichtsverhältnis a : b von 90 : 10 bis 10 : 90 vermischt, mit der Maßgabe, daß die Einsatzstoffe in der Gelphase vorliegen.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß es für die Herstellung der gewünschten Konzentrate nicht erforderlich ist, von niedrigviskosen, d.h. verdünnten wäßrigen Einsatzstoffen auszugehen und diese nachträglich aufzukonzentrieren. Vielmehr wurde gefunden, daß sich beim Vermischen von konzentrierten Einsatzstoffen, die sich in der Gelphase befinden und somit selbst nicht niedrigviskos sind, Produkte ergeben, die ihrerseits niedrigviskos, hellfarbig und lagerstabil sind.

30

Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside

Alkyl- und Alkenyloligoglykoside stellen bekannte nichtionische Tenside dar, die der Formel (I) folgen,

35

$$R^{1}O-[G]_{n}$$
 (I)

in der R¹ für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten werden. Stellvertretend für das umfangreiche Schrifttum sei hier auf die Schriften **EP-A1-0 301 298** und **WO 90/03977** verwiesen.

Die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside sind somit Alkyl- und/oder Alkenyloligoglucoside.

Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (I) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP-Grad), d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während p in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muß und hier vor allem die Werte p = 1 bis 6 annehmen kann, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt. Vorzugsweise werden Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt.

Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R^1 kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoff- atomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside der Kettenlange C_8 - C_{10} (DP = 1 bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C_8 - C_{18} -Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C_{12} -Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucoside auf Basis technischer $C_{9/11}$ -Oxoalkohole (DP = 1 bis 3).

Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R¹ kann sich ferner auch von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside auf Basis von gehärtetem C_{12/14}-Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3

Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide

5

10

30

Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide stellen nichtionische Tenside dar, die der Formel (II) folgen,

$$\mathbf{R}^3$$
15 |
 $\mathbf{R}^2\mathbf{CO-N-[Z]}$ (II)

in der R²CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R³ für Wasserstoff, einen Alkyl- oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und [Z] für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht.

Bei den Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamiden handelt es sich um bekannte Stoffe, die üblicherweise durch reduktive Aminierung eines reduzierenden Zuckers mit Ammoniak, einem Alkylamin oder einem Alkanolamin und nachfolgende Acylierung mit einer Fettsäure, einem Fettsäurealkylester oder einem Fettsäurechlorid erhalten werden können. Hinsichtlich der Verfahren zu ihrer Herstellung sei auf die US-Patentschriften **US 1,985,424, US 2,016,962** und **US 2,703,798** sowie die Internationale Patentanmeldung **WO 92/06984** verwiesen. Eine Übersicht zu diesem Thema von H.Kelkenberg findet sich in **Tens. Surf. Det. 25, 8 (1988)**.

Vorzugsweise leiten sich die Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylarnide von reduzierenden Zuckern mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, insbesondere von der Glucose ab. Die bevorzugten Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide stellen daher Fettsäure-N-alkylglucamide dar, wie sie durch die Formel (III) wiedergegeben werden:

$$R^3$$
 OH OHOH

$$| | | |$$

$$R^2\text{CO-N-CH}_2\text{-CH-CH-CH-CH-CH}_2\text{OH}$$
OH

(III)

Vorzugsweise werden als Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide Glucamide der Formel (III) eingesetzt, in der R³ für. Wasserstoff oder eine Alkylgruppe steht und R²CO für den Acylrest der Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolensäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure oder Erucasäure bzw. derer technischer Mischungen steht. Besonders bevorzugt sind Fettsäure-N-alkyl-glucamide der Formel (III), die durch reduktive Aminierung von Glucose mit Methylamin und anschließende Acylierung mit Laurinsäure oder C_{12/14}-Kokosfettsäure bzw. einem entsprechenden Derivat erhalten werden. Weiterhin können sich die Polyhydroxyalkylamide auch von Maltose und Palatinose ableiten.

Betaintenside

55

Betaine stellen bekannte Tenside dar, die überwiegend durch Carboxyalkylierung, vorzugsweise Carboxymethylierung von aminischen Verbindungen hergestellt werden. Vorzugsweise werden die Ausgangsstoffe mit Halogencarbonsäuren oder deren Salzen, insbesondere mit Natriumchloracetat kondensiert, wobei pro Mol Betain ein Mol Salz gebildet wird. Ferner ist auch die Anlagerung von ungesättigten Carbonsäuren wie beispielsweise Acrylsäure möglich. Zur Nomenklatur und insbesondere zur Unterscheidung zwischen Betainen und "echten" Amphotensiden sei auf den

Beitrag von U.Ploog in Seifen-Öle-Fette-Wachse, <u>198</u>, 373 (1982) verwiesen. Weitere Übersichten zu diesem Thema finden sich beispielsweise von A.O'Lennick et al. in **HAPPI**, **Nov. 70 (1986)**, S.Holzman et al. in **Tens. Det. <u>23</u>**, 309 (1986), R.Bilbo et al. in **Soap Cosm. Chem. Spec. Apr. 46 (1990)** und P.Ellis et al. in **Euro Cosm. 1, 14 (1994)**.

Beispiele für geeignete Betaine stellen die Carboxyalkyliemngsprodukte von sekundären und insbesondere tertiären Aminen dar, die der Formel (IV) folgen,

$$\mathbf{R}^{5}$$

10 |

 \mathbf{R}^{4} -N-(\mathbf{CH}_{2})_n \mathbf{COOX}

(IV)

 \mathbf{R}^{6}

5

25

30

55

in der R^4 für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R^5 für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Zahlen von 1 bis 6 und R^6 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Alkylreste mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Alkylreste mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^6 für Alkylreste mit 2 bis 4

Weiterhin kommen auch Carboxyalkylierungsprodukte von Amidoaminen in Betracht, die der Formel (V) folgen,

$$\mathbf{R}^{5}$$

$$\mid$$

$$\mathbf{R}^{7}\mathbf{CO-NH-(CH_{2})_{m}-N-(CH_{2})_{n}COOX}$$

$$\mid$$

$$\mathbf{R}^{4}$$
(V)

in der R⁷CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 bis 3 Doppelbindungen, m für Zahlen von 1 bis 3 steht und R⁵, R⁶, n und X die oben angegebenen Bedeutungen haben. Typische Beispiele sind Umsetzungsprodukte von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, namentlich Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Gemische, mit N,N-Dimethylamino-ethylamin, N,N-Dimethylaminopropylamin, N,N-Diethylaminoethylamin und N,N-Diethylaminopropylamin, die mit Natriumchloracetat kondensiert werden. Bevorzugt ist der Einsatz eines Kondensationsproduktes von C_{8/18}-Kokosfettsäure-N,N-dimethylaminopropylamid mit Natriumchloracetat.

Weiterhin kommen als geeignete Ausgangsstoffe für die im Sinne der Erfindung einzusetzenden Betaine auch Imidazoline in Betracht, die der Formel (VI) folgen,

$$(CH2)mR9$$
(VI)

in der R⁸ für einen Alkylrest mit 5 bis 21 Kohlenstoffatomen, R⁹ für eine Hydroxylgruppe, einen OCOR⁸- oder NHCOR⁸- Rest und m für 2 oder 3 steht. Auch bei diesen Substanzen handelt es sich um bekannte Stoffe, die beispielsweise durch cyclisierende Kondensation von 1 oder 2 Mol Fettsäure mit mehrwertigen Aminen wie beispielsweise Aminoethylethanolamin (AEEA) oder Diethylentriamin erhalten werden können. Die entsprechenden Carboxyalkylierungspro-

dukte stellen Gemische unterschiedlicher offenkettiger Betaine dar. Typische Beispiele sind Kondensationsprodukte der oben genannten Fettsäuren mit AEEA, vorzugsweise Imidazoline auf Basis von Laurinsäure oder wiederum $C_{12/14}$ -Kokosfettsäure, die anschließend mit Natriumchloracetat betainisiert werden.

5 Tensidkonzentrate

Zur Herstellung der Tensidkorzentrate geht man von hochkorzentrierten, in der Gelform vorliegenden wäßrigen Ausgangsstoffen aus. Das bedeutet, daß man die Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside und/oder die Fettsäure-Nalkylpolyhydroxyalkylamide in Form wäßriger Gele mit einem Zuckertensidgehalt im Bereich von 45 bis 60 und vorzugsweise 45 bis 55 Gew.-% einsetzt. Die Betaintenside werden in der Regel mit einem nicht-wäßrigen Gehalt im Bereich von 45 bis 60, vorzugsweise 48 bis 54 Gew.-% und einem Betaingehalt im Bereich von 25 bis 40, vorzugsweise 28 bis 35 Gew.-% einsetzt. Die Herstellung der Tensidkonzentrate erfolgt auf rein mechanischem Wege durch Vermischen der gelförmigen Ausgangsstoffe, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur und starker Scherung.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden die Betaine in bekannter Weise, beispielsweise durch Umsetzung von geeigneten tertiären Aminen mit wäßriger Natriumchloracetatlösung bei ca. 90°C umgesetzt und die rohen Betaine ohne Abkühlen mit den wäßrigen Glucosid- bzw. Glucamidpasten versetzt. Dabei wird die Betainisierung mit gerade der Menge an Wasser als Lösungsmittel durchgeführt, daß sich im Mischprodukt mit den Zuckertensiden der gewünschte Feststoffgehalt einstellt. In Summe bedeutet dies, daß die Betainisierung mit einer ungewöhnlich niedrigen Menge an Lösungsmittel durchgeführt werden kann.

Fließfahigkeitverbesserer

Zur Verbesserung der Fließfähigkeit kann man den Konzentrate geringe Mengen an Polyolen zusetzen, als da sind:

Glycerin;

- Alkylenglycole, wie beispielsweise Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol;
- technische Oligoglyceringemische mit einem Eigerkondensationsgrad von 1,5 bis 10, wie etwa technische Diglyceringemische mit einem Diglyceringehalt von 40 bis 50 Gew.-%;
- Methyolverbindungen, wie insbesondere Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Trimethylolbutan, Pentaerythrit und Dipentaerythrit:
 - Hydroxycarbonsäuren, wie beispielsweise Glycolsäure, Weinsärre und Citronensäure;
 - Niedrigalkylglucoside, insbesondere solche, mit 1 bis 8 Kohlenstoffen im Alkylrest, wie beispielsweise Methyl- und Butylglucosid;
- Zuckeralkohole mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Sorbit oder Mannit,
 - Zucker mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie beispielsweise Glucose oder Saccharose;
 - · Aminozucker, wie beispielsweise Glucamin.

Vorzugsweise setzt man den Konzentraten 0,5 bis 5, insbesondere 1 bis 3 Gew.-% - bezogen auf die Konzentrate - Polyole und dabei insbesondere Glycerin zu.

Als weitere Fließfähigkeitsverbesserer können die Tensidkonzentrate geringe Mengen, d.h. 0,5 bis 3 und vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-% - bezogen auf die Konzentrate - freie Fettsäuren enthalten. Typische Beispiele sind Capronsäure, Caprylsäure, 2-Ethylhexansäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Isotridecansäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, die z.B. bei der Druckspaltung von natürlichen Fetten und Ölen, bei der Reduktion von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese oder der Dimerisierung von ungesättigten Fettsäuren anfallen.

Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemäßen Tensidkonzentrate zeichnen sich durch eine niedrige Viskosität und Fließgrenze aus. Sie sind hellfarbig, farb- und lagerstabil. Sie eignen sich daher zur Herstellung einer Vielzahl von oberflächenaktiven Mitteln, wie beispielsweise Wasch-, Spül- und Reinigungsmitteln, in denen sie in Mengen von 0,5 bis 50 und vorzugsweise 2 bis 35 Gew.-% - bezogen auf die Mittel - enthalten sein können.

Beispiele

Im folgenden wurden die in Tabelle 1 beschriebenen tensidischen Einsatzstoffe eingesetzt. Alle Prozentangaben verstehen sich als Gew.-%.

20

25

15

55

50

Tabelle 1

Einsatztoffe Zusammensetzung Alkyloligoglucosid Betain 1 % Betain 2 % Betain 3 % % Feststoffgehalt 51 40 46 42 Tensidgehalt 51 33 36 28 Glycerin 3 ---Freie Fettsäure 3 Konsistenz (25°C) Gel Gel Gel Flüssigkeit Farbzahl (Gardner) 1 1 1 1

Die tensidischen Inhaltsstoffe wurden bei 40°C abgemischt, wobei Tensidkonzentrate der in Tabelle 2 wiedergegebenen Zusammensetzung resultierten:

Tabelle 2

Tensidkonzentrate			
Zusammensetzung	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3
Alkyloligoglucosid	50	60	50
Betain 1	50	-	-
Betain 2	-	40	-
Betain 3	-	-	50
Feststoffgehalt Mischung	54	52	40
Konsistenz (25°C)	dünnflüssige Paste	dünnflüssige Paste	dünnflüssige Paste
Farbzahl (Gardner)	1	1	1

Patentansprüche

5

10

15

20

25

30

35

40

45

55

- 1. Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen, niedrigviskosen Tensidkonzentraten, bei dem man
 - (a1) Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside und/oder
 - (a2) Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylamide und
 - (b) Betaintenside

im Gewichtsverhältnis a : b von 90 : 10 bis 10 : 90 vermischt, mit der Maßgabe, daß die Einsatzstoffe in der Gelphase vorliegen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß man als Komponente (a1) Alkyl- und Alkenyloligoglykoside der Formel (I) einsetzt,

$$\mathbf{R}^{1}\mathbf{O}\text{-}[\mathbf{G}]_{\mathbf{p}}\tag{I}$$

5

20

40

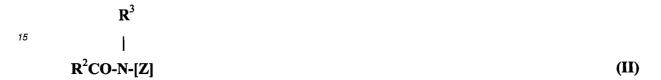
45

50

55

in der R¹ für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß man als Komponente (a2) Fettsäure-Nalkylpolyhydroxyalkylamide der Formel (II) einsetzt,



in der R²CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R³ für Wasserstoff, einen Alkyl- oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und [Z] für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht.

25 **4.** Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß man als Komponente (b) Betaintenside der Formel (IV) einsetzt,

$$\mathbf{R}^{5}$$

30 |

 \mathbf{R}^{4} -N-(\mathbf{CH}_{2})_n \mathbf{COOX}

(IV)

35 \mathbf{R}^{6}

in der R⁴ für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R⁵ für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, n für Zahlen von 1 bis 6 und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall oder Ammonium steht.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente (b) Betaintenside der Formel (V) einsetzt,

$$R^{5}$$

$$|$$

$$R^{7}CO-NH-(CH_{2})_{m}-N-(CH_{2})_{n}COOX$$

$$|$$

$$R^{6}$$
(V)

in der R^7CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 bis 3 Doppelbindungen, m für Zahlen von 1 bis 3 steht und R^5 , R^6 , n und X die oben angegebenen Bedeutungen haben.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkyl- und/oder Alkenyloligoglyko-

side und/oder Fettsäure-N-alkylpolyhydroxyalkylarnide in Form wäßriger Gele mit einem Zuckertensidgehalt im Bereich von 45 bis 60 Gew.-% einsetzt.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man Betaine in Form wäßriger Gele mit einem nicht-wäßrigen Gehalt im Bereich von 45 bis 60 und einem Betaingehalt im Bereich von 25 bis 40 Gew.-% einsetzt.

- **8.** Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß man den Konzentraten 0,5 bis 5 Gew.-% bezogen auf die Konzentrate Glycerin zusetzt.
- 9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß man den Konzentrate 0,5 bis 3 Gew.-% bezogen auf die Konzentrate Fettsäuren zusetzt.