



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 941 300 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
21.05.2003 Patentblatt 2003/21

(51) Int Cl.7: **C11D 10/04**, C11D 3/12,
C11D 17/00
// C11D1/66

(21) Anmeldenummer: **97951961.8**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP97/06557

(22) Anmeldetag: **24.11.1997**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 98/024872 (11.06.1998 Gazette 1998/23)

(54) **GEFORMTE SEIFENPRODUKTE**

SHAPED SOAP PRODUCTS

PRODUITS EN SAVON FACONNES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IT LI NL PT SE

- **SCHOLZ, Wolfhard**
D-47829 Krefeld (DE)
- **SCHNEIDER, Werner**
D-47807 Krefeld (DE)

(30) Priorität: **02.12.1996 DE 19649896**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.09.1999 Patentblatt 1999/37

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 463 912 WO-A-96/03487
DE-A- 4 331 297 DE-A- 4 337 031
DE-C- 593 422 US-A- 5 262 079
US-A- 5 340 492

(73) Patentinhaber: **Henkel Kommanditgesellschaft
auf Aktien**
40589 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:
• **HENNEN, Udo**
D-47839 Krefeld (DE)

Bemerkungen:

Die Akte enthält technische Angaben, die nach dem
Eingang der Anmeldung eingereicht wurden und die
nicht in dieser Patentschrift enthalten sind.

EP 0 941 300 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft geformte Seifenprodukte, z.B. Stückseifen mit verbesserter Glätte und erhöhtem Kalkseifendispergiervermögen durch einen Gehalt an Alkyl-(oligo)-glycosiden und Talkum.

[0002] Es ist bekannt, daß Feinseifen auf Basis von Talg- und Kokosfettsäuren durch zahlreiche Zusatzstoffe in ihren anwendungstechnischen Eigenschaften verändert und verbessert werden können.

[0003] So ist z.B. aus DE-PS 593 422 bekannt, daß durch Zusatz von 10 bis 15 Gew.-% Cetylmaltoosid zu einer Grundseifenmischung die Waschkraft und die Kalkseifendispergierung verbessert werden. Weiterhin sind aus EP 0 463 912 A1, DE 43 31 297 A1 und DE 43 37 031 C2 Seifenstücke auf Basis von Fettsäure-Grundseifen mit einem Gehalt an Alkyl-(oligo)-glucosiden bekannt. In gängigen Handbüchern, z.B. Geoffrey Martin: The Modern Soap and Detergent Industry, Vol. 1, (1950), Kapitel VI, sind zwar anorganische Füllstoffe als Streckmittel für Seifen beschrieben, dabei wird dem Talkum jedoch eher eine nachteilige Wirkung in Stückseifen zugeschrieben.

[0004] Entgegen den aus dem Stand der Technik zu erwartenden Einbußen wurde überraschend festgestellt, daß bei Stückseifen, die bereits Alkylglycoside als Zusatz enthalten, durch einen Zusatz von Talkum eine weitere Verbesserung der physikalischen und anwendungstechnischen Eigenschaften, insbesondere des Wasch- und Kalkseifendispergiervermögens und der Seifenglätte erzielt wird.

[0005] Gegenstand der Erfindung ist daher ein geformtes Seifenprodukt das

60 - 85 Gew.-% Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen in Form ihrer Alkaliseifen und

1 - 10 Gew.-% Alkyl-(oligo)-glycoside der Formel $R^1O-(G)_x$, in der R^1 eine primäre C_{12} - C_{16} -Alkylgruppe und $(G)_x$ ein Oligo-Glycosidrest ist, dessen Oligomerisationsgrad $x = 1 - 2$ ist, sowie

zur Verbesserung der Wascheigenschaften und des Kalkseifendispergiervermögens 5 bis 20 Gew.-% Talkum enthält.

[0006] Die erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte besitzen darüber hinaus nach der mechanischen Verformung eine besonders glatte Oberfläche. Bei der Anwendung erzeugen sie einen cremigen, stabilen Schaum. Der in hartem Wasser gebildete Kalkseifenniederschlag bleibt im Wasser dispergiert und führt nicht zu den grau-schmierigen Belägen auf der Oberfläche von Sanitäröbekten.

[0007] Unter Talkum im Sinne der Erfindung wird ein hydratisiertes Magnesiumsilikat der theoretischen Zusammensetzung $3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$ bzw. $Mg_3(Si_4O_{10}) \cdot (OH)_2$, das jedoch Anteile an hydratisiertem Magnesiumaluminiumsilikat von bis zu 12 Gew.-% Al_2O_3 , bezogen auf das gesamte Produkt, enthalten kann.

[0008] Der Teilchendurchmesser (equivalent spherical diameter) des Talkums sollte im Bereich von 0,5 - 50 μm liegen. Im allgemeinen haben sich solche Talkumqualitäten bewährt, die nicht mehr als 5 Gew.-% an Teilchen unter 1 μm und nicht mehr als 5 Gew.-% an Teilchen über 50 μm Größe enthalten. Vorzugsweise ist der Anteil an Teilchen, die größer als 40 μm im Durchmesser sind (Siebrückstand), höchstens 2 Gew.-%. Der mittlere Teilchendurchmesser (D 50) liegt bevorzugt bei 5 - 15 μm .

[0009] Der Gehalt an Begleitstoffen sollte nicht mehr als 1,6 Gew.-% Fe_2O_3 , 1 Gew.-% CaO und 1 Gew.-% an ungebundenem Wasser (Trockenverlust bei 105° C) ausmachen. Der Gehalt an hydratisiertem Magnesiumaluminiumsilikat kann bis zu 60 Gew.-%, berechnet als Al_2O_3 , bis zu 12 Gew.-% liegen.

[0010] Als Fettsäuren zur Herstellung der Grundseife werden die linearen Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen, z.B. die Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Arachin- und Behensäure, aber auch die ungesättigten Fettsäuren, z.B. die Palmitolein-, Öl-, Linol-, Linolen-, Arachidon- und Erucasäure verwendet. Bevorzugt werden technische Gemische, wie sie aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen erhältlich sind, eingesetzt, z.B. Kokosölfettsäure und Talgfettsäure. Besonders bevorzugt sind Gemische aus Kokos- und Talgfettsäureschnitten, insbesondere ein Gemisch aus 50 - 80 Gew.-% C_{16} - C_{18} -Talgfettsäure und 20 - 50 Gew.-% C_{12} - C_{14} -Kokosfettsäure.

[0011] Die Fettsäuren werden in Form ihrer Alkaliseife, üblicherweise als Natriumseifen eingesetzt. Die Seifen können aber auch aus den Fetten und Ölen direkt durch Verseifung (Hydrolyse) mit Natronlauge und Abtrennen des Glycerins erzeugt werden. Bevorzugt enthalten die erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte einen zusätzlichen Anteil von 1 - 10 Gew.-% an freien Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen. Diese können mit den Fettsäuren der Grundseife identisch sein und durch einen entsprechenden Alkali-Unterschuß bei der Verseifung in die Grundseife eingebracht werden. Bevorzugt werden die freien Fettsäuren aber nach der Verseifung und nach dem Aufkonzentrieren, vor der Trocknung, zudosiert.

[0012] Alkyl-(oligo)-glycoside sind bekannte, im Handel erhältliche nichtionogene Tenside, die nach einschlägigen Verfahren der organischen Chemie zugänglich sind und der Formel $R^1O-(G)_x$ entsprechen, in der R^1 eine primäre C_{12} - C_{16} -Alkylgruppe und $(G)_x$ ein Oligoglycosidrest ist, dessen Oligomerisationsgrad $x = 1$ bis 2 ist. Stellvertretend für das umfangreiche Schrifttum sei hier auf EP-A-0 301 298 und WO-A-90/3977 verwiesen. Die Alkyl-(oligo)-glycoside können sich von Aldosen oder Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffen ableiten. Wegen der leichten Zugänglichkeit werden im großtechnischen Maßstab hauptsächlich von Glucose abgeleitete Alkyl-(oligo)-glucoside hergestellt.

[0013] Der Oligomerisationsgrad x stellt einen Mittelwert dar, der sich aus der Homologenverteilung von Mono-,

Di-, Tri- und höheren Polyglucosiden ergibt. Anwendungstechnisch besonders bevorzugt sind solche Alkyl-(oligo)-glucoside, deren Oligomerisationsgrad x unter 1,7, insbesondere zwischen 1,2 und 1,5 liegt. Solche Produkte sind z.B. unter der Handelsbezeichnung Plantaren®1200 der HENKEL KGaA erhältlich.

[0014] Zusätzlich zu den Alkyl-(oligo)-glycosiden können die erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte auch andere synthetische Tenside, z.B. stark schäumende hautfreundliche Aniontenside, Amphotenside, Betaintenside oder nichtionische Tenside enthalten. Besonders bevorzugt ist ein erfindungsgemäßes Seifenprodukt, in dem zusätzlich bis zu 15 Gew.-% synthetischer, anionischer, zwitterionischer oder ampholytischer Tenside enthalten sind. Bevorzugt geeignete anionische Tenside sind z.B. Alkylethersulfate der Formel $R^2O-(C_2H_4O)_n-SO_3Na$, in der R^2 eine bevorzugt lineare, primäre Alkylgruppe mit 12 - 16 C-Atomen und n ein Mittelwert von 1 - 10 ist. Weitere geeignete anionische Tenside sind z.B. Acylisethionate der Formel $R^3CO-OCH_2CH_2-SO_3Na$, in der R^3CO eine lineare Acylgruppe mit 12 - 18 C-Atomen ist. Auch die genannten anionischen Tenside sind handelsüblich.

[0015] Die erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte enthalten vorzugsweise darüber hinaus Wasser in einer Menge von 5 - 15 Gew.-%. Der Wassergehalt ist einerseits bedingt durch das Herstellungsverfahren, andererseits wirkt er sich günstig auf die Gebrauchseigenschaften der Seife aus.

[0016] Schließlich können die erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte Duftstoffe und weitere übliche Hilfs- und Zusatzstoffe in einer Menge von bis zu 5 Gew.-% enthalten. Geeignete Hilfsstoffe sind z.B. Bindemittel oder Plastifikatoren. Als solche eignen sich z.B. Glycerin, Fettsäurepartialglyceride oder Fettalkohole mit 12 - 22 C-Atomen. Die Fettalkohole können z.B. als Nebenprodukt der Alkyl-(oligo)-glucoside gemeinsam mit diesen zugesetzt werden, wenn man die Alkyl-(oligo)-glucoside als Rohprodukt mit einem Gehalt an bis zu 50 Gew.-% freiem Fettalkohol einsetzt.

[0017] Weitere Hilfsstoffe sind z.B. Farbstoffe, antimikrobielle Stoffe, Deodorantwirkstoffe, Pigmente (TiO_2), optische Aufheller und Komplexbildner.

[0018] Die Herstellung der erfindungsgemäßen geformten Seifenprodukte kann in der für Seifen üblichen Weise erfolgen. Dabei wird zunächst aus Fettsäureansatz und Natronlauge eine Grundseife mit einem Feststoffgehalt von 25 - 50 Gew.-% hergestellt und auf einen Feststoffgehalt von 50 - 70 Gew.-% aufkonzentriert. In diese z.B. 60 %ige Grundseife kann bereits das Talkum, gegebenenfalls auch freie Fettsäure, ein anionisches Tensid und ein Komplexbildner eingemischt werden. Danach wird die Grundseife z.B. in einem Vakuumexpansionstrockner bei 120°C bis 130°C weiter entwässert. Bei der Expansion kühlt sich die Seife spontan auf Temperaturen unter 60°C ab und wird fest. Dabei fallen Seifennudeln mit einem Feststoffgehalt von 73 - 85 Gew.-% an.

[0019] Die Weiterverarbeitung dieser Grundseife stellt dann die Konfektionierung zur Feinseife dar. Sie erfolgt in einem Seifenmischer, in dem ein Slurry aus dem Alkyl-(oligo)-glucosid und den übrigen Hilfs- und Zusatzmitteln in die Seifennudeln eingemischt wird. Dabei werden die Grundseifennudeln und der Slurry aus Alkyl-(oligo)-glycosid und z. B. Duftstoffen, Farbstoffen, Pigmenten und anderen Hilfsmitteln in einem Schneckenmischer mit Lochsieben intensiv gemischt und schließlich über eine Strangpresse ausgetragen und gegebenenfalls einer Stückpresse zugeführt, wenn Seifenstücke hergestellt werden sollen.

[0020] Geformte Seifenprodukte im Sinne der Erfindung können aber auch als Nudeln, Nadeln, Granulate, Extrudate, Schuppen und in jeder anderen für Seifenprodukte übliche Formgebung vorliegen.

[0021] Alternativ zu dem beschriebenen Verfahren kann das Talkum auch erst bei der Konfektionierung in die 73 - 85 %ige Grundseife eingearbeitet werden. In diesem Falle wird das Talkumpulver über geeignete Dosiergeräte, z.B. Bandwaage und Schütteldosierer gleichzeitig mit dem Slurry aus Alkyl-(oligo)-glycosid, Duftstoffen und Hilfsmitteln dem Seifenmischer zugeführt.

[0022] Die erfindungsgemäßen Seifenprodukte zeichnen sich durch eine besonders glatte Oberfläche aus, was sich insbesondere bei Verarbeitung zu Stückseife angenehm bemerkbar macht. Bei Gebrauch bildet sich reichlich feinbläsiger, cremiger Schaum. In hartem Wasser bilden sich zwar auch Kalkseifenausfällungen, diese bleiben aber in der Lösung dispergiert und schlagen sich auf harten Oberflächen nicht als schmierig-graue Flecken oder käsiger Rand, sondern allenfalls als leichter, feinteiliger Schleier nieder.

[0023] Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern:

Beispiele

[0024]

Rezepturen

	1	2	3	4
Grundseife (1)	82	75	87	80
Plantacare 2000 UP (2)	2	5,4	1,5	3
Steasilk 5 AE (3)	15	18	-	8
Steasilk 5 FL (4)	-	-	10	8
Parfüm	1	1,5	1	1
Farbstoff	-	0,1	0,5	-

(1) Zusammensetzung der Grundseife:

85 Gew.-% Na-Seifen (aus 75 Gew.-% hydr. Talgfettsäure und 25 Gew.-% Kokos-
fettsäure)

1 Gew.-% freie Fettsäure

1 Gew.-% Glycerin

13 Gew.-% Wasser

(2) Plantacare®2000 UP: C₈-C₁₆-Alkyl-glucosid (x = 1.2)**(3) Steasilk®5 AE : Talkum-Pulver, bestehend aus**

97 Gew.-% Magnesiumsilicat-hydrat

1 Gew.-% Magnesium-aluminium-silicat-hydrat

2 Gew.-% Calcium-Magnesium-Carbonat

Teilchengrößenverteilung:

5 Gew.-% kleiner als 1 µm

5 Gew.-% größer als 40 µm

(4) Steasilk® 5 FL :

Talkum-Pulver, bestehend aus

45 Gew.-% Magnesiumsilicat-hydrat

54 Gew.-% Magnesium-aluminiumsilicat-hydrat

1 Gew.-% Calcium-magnesium-carbonat

Teilchengrößenverteilung:

5 Gew.-% kleiner als 1 µm

5 Gew.-% größer als 30 µm

Herstellung:

[0025] Die Grundseifennudeln werden mit den übrigen Komponenten in einen üblichen Seifenmischer (Schneckenmischer mit Lochsieb) dosiert, durch mehrmaliges Vermischen homogenisiert, über eine Strangpresse ausgetragen, geschnitten und in üblicher Weise zu Stücken verarbeitet.

Patentansprüche

1. Geformetes Seifenprodukt enthaltend

60 - 85 Gew.-% Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen in Form ihrer Alkaliseifen und
1 - 10 Gew.-% Alkyl-(oligo)-glycoside der Formel $R^1-O(G)_x$, in der R^1 eine primäre C_{12} - C_{16} -Alkylgruppe und $(G)_x$ ein Oligo-Glycosidrest, dessen Oligomerisationsgrad $x = 1 - 2$ ist,

dadurch gekennzeichnet, daß zur Verbesserung der Wascheigenschaften und des Kalkseifendispergiervermögens 5 - 20 Gew.-% Talkum enthalten ist.

2. Seifenprodukt nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Fettsäuren aus 50 - 80 Gew.-% C_{16} - C_{18} -Fettsäuren und aus 20 - 50 Gew.-% C_{12} - C_{14} -Fettsäuren zusammengesetzt sind.

3. Seifenprodukt gemäß Patentanspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** zusätzlich 1 - 10 Gew.-% freie Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen darin enthalten sind.

4. Seifenprodukt nach einem der Ansprüche 1 - 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** zusätzlich bis zu 15 Gew.-% synthetischer, anionischer, zwitterionischer oder ampholytischer Tenside enthalten sind.

5. Seifenprodukt nach einem der Ansprüche 1 - 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** 5 - 15 Gew.-% Wasser enthalten sind.

6. Seifenprodukt nach einem der Ansprüche 1 - 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** Duftstoffe und weitere übliche Hilfs- und Zusatzstoffe in einer Menge bis zu 5 Gew.-% enthalten sind.

Claims

1. A shaped soap product containing

60 to 85% by weight of fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms in the form of their alkali metal soaps and
1 to 10% by weight of alkyl (oligo)glycosides with the formula $R^1-O(G)_x$, where R^1 is a primary C_{12-16} alkyl group and $(G)_x$ is an oligoglycoside unit with a degree of oligomerization x of 1 to 2,

characterized in that 5 to 20% by weight of talcum is present in the shaped soap product to improve its washing

properties and lime soap dispersion power.

2. A soap product as claimed in claim 1, **characterized in that** the fatty acids are composed of 50 to 80% by weight C₁₆₋₁₈ fatty acids and 20 to 50% by weight C₁₂₋₁₄ fatty acids.
3. A soap product as claimed in claim 1 or 2, **characterized in that** 1 to 10% by weight of free fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms are additionally present.
4. A soap product as claimed in any of claims 1 to 3, **characterized in that** up to 15% by weight of synthetic, anionic, zwitterionic or ampholytic surfactants are additionally present.
5. A soap product as claimed in of any claims 1 to 4, **characterized in that** 5 to 15% by weight of water is present.
6. A soap product as claimed in any of claims 1 to 5, **characterized in that** fragrances and other typical auxiliaries and additives are present in a quantity of up to 5% by weight.

Revendications

1. Produit de savon façonné contenant :

- de 60 à 85 % en poids d'acides gras ayant de 12 à 22 atomes de carbone sous forme de leur savon alcalin et
- de 1 à 10% en poids d'alkyl (oligo)glycosides de formule R¹-O(G)_x dans laquelle R¹ est un groupe alkyle en C₁₂-C₁₆ primaire et (G)_x un reste d'oligoglycoside dont le degré d'oligomérisation x est égal à 1-2,

caractérisé en ce qu'

en vue de l'amélioration des produits de lavage et de la capacité de mise en dispersion des savons de chaux, de 5 à 20 % de talc est contenu.

2. Produit de savon selon la revendication 1,

caractérisé en ce que

les acides gras sont composés de 50 à 80 % en poids d'acides gras en C₁₆-C₁₈ et de 20 à 50 % en poids d'acides gras en C₁₂-C₁₄.

3. Produit de savon conformément à la revendication 1 ou la revendication 2,

caractérisé en ce qu'

en supplément, de 1 à 10 % en poids d'acides gras libres ayant de 12 à 22 atomes de carbone y sont contenus.

4. Produit de savon selon l'une des revendications 1 à 3,

caractérisé en ce qu'

en supplément, jusqu'à 15% en poids d'agents tensioactifs synthétiques, anioniques, zwitterioniques ou ampholytiques sont contenus.

5. Produit de savon selon l'une des revendications 1 à 4,

caractérisé en ce que

de 5 à 15 % en poids d'eau sont contenus.

6. Produit de savon selon l'une des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce que

des substances odorantes et d'autres adjuvants et additifs usuels sont contenus en une quantité allant jusqu'à 5 % en poids.