



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 19 737 T2 2005.09.01**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 133 543 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C11D 1/34**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 19 737.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US99/27778**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 959 081.3**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/31220**

(86) PCT-Anmeldetag: **23.11.1999**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **02.06.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **19.09.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **25.08.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **01.09.2005**

(30) Unionspriorität:
109639 P 24.11.1998 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:
Rhodia Inc., Cranbury, N.J., US

(72) Erfinder:
**DERIAN, Paul-Joel, Plainsboro, US; GAO, Tao,
Monmouth Junction, US; HERVE, Jean-Claude,
Pascal, West Windsor, US; REIERSON, Lee,
Robert, Princeton Junction, US**

(74) Vertreter:
Vossius & Partner, 81675 München

(54) Bezeichnung: **PUMPFÄHIGE WÄSSRIGE ZUSAMMENSETZUNGEN MIT HOHEM FESTSTOFFGEHALT UND HOHEM ANTEIL AN MONOALKYLPHOSPHATESTERSALZ**

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).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Fachgebiet der Erfindung

[0001] Diese Erfindung betrifft neue pumpfähige konzentrierte wäßrige oberflächenaktive Zusammensetzungen, insbesondere oberflächenaktive Zusammensetzungen von Alkylphosphatestersalzen. Insbesondere betrifft diese Erfindung leicht pumpfähige konzentrierte wässrige oberflächenaktive Zusammensetzungen mit hohem Feststoffgehalt von Alkylphosphatestersalzen mit hohem Monoalkylphosphatgehalt.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Eine große Reihe von oberflächenaktiven Mitteln und Gemischen von oberflächenaktiven Mitteln sind für viele industrielle, kommerzielle und häusliche Verwendungen bekannt. Bei diesen Verwendungen besteht häufig der Bedarf, dass das oberflächenaktive Mittel in pumpfähiger oder fluider Form zur Zugabe zu Formulierungen ist, die das oberflächenaktive Mittel erfordern, da eine solche Form die Einsparung von Kosten bei der Handhabung und Lagerung der Zusammensetzung, sowie die leichte und bequeme Handhabung bei der Formulierung von Produkten damit ermöglichen. Zusätzlich ist aus zahlreichen Gründen, wie Formulierungsflexibilität, Transport und Lagerkosten, erwünscht, dass das oberflächenaktive Mittel in solchen pumpfähigen Zusammensetzungen in einer so hohen Konzentration oder in einem so hohen Anteil des oberflächenaktiven Mittels oder Wirkstoffs wie möglich vorhanden ist.

[0003] Die ausgezeichnete Eigenschaft von anionischen Phosphateestern auf Fettalkoholbasis von hohem Monoalkylphosphatestergehalt relativ zum Dialkylphosphatestergehalt, im Allgemeinen in einem Verhältnis von mindestens 80:20 oder mehr, wurde insbesondere wegen ihrer Mildheit, reinigenden Eigenschaften und schäumenden Eigenschaften und insbesondere zur Verwendung in kosmetischen oder Körperpflegeprodukten, wie Shampoos, Konditioner und Körperreinigern seit langem erkannt. Siehe U.S.-Patent 4,139,485 von G. Imokawa et al., herausgegeben 13. Februar 1979. Ihre Eignung in den letzteren Produkten besteht zumindest teilweise durch ihre Fähigkeit, hohe reinigende Eigenschaften mit geringer Hautreizung, verglichen mit anderen oberflächenaktiven Mitteln, wie Alkylsulfaten, Alkylethersulfaten, Polyoxyethylenalkylsulfaten und Alkylbenzolsulfonaten zu bewirken. Außerdem stellen solche anionischen oberflächenaktiven Phosphatestermittel auf Fettalkoholbasis mit hohem Monoalkylestergehalt oberflächenaktive Mittel bereit, die ausgezeichnete Ausgewogenheit der Eigenschaften zeigen. Zum Beispiel nehmen, da der Monoalkylphosphatgehalt relativ zum Dialkylphosphatgehalt zunimmt, die Löslichkeit, Schaumbildungsfähigkeit und reinigende Eigenschaft zu. Zusätzlich verringert die Zunahme im Monoalkylphosphatgehalt die hautreizende Wirkung.

[0004] Die Fähigkeit, oberflächenaktive Mittel enthaltende Zusammensetzungen mit hohem Monoalkylphosphatgehalt bei der Formulierung von Produkten zu verwenden, war nicht ohne Schwierigkeiten. Anerkanntermaßen ist es in hohem Maße erwünscht, dass solche oberflächenaktive Zusammensetzungen hohen Gehalt an wirksamen Bestandteil, d.h. hohen Feststoffgehalt von Phosphatestersalzen, aufweisen. Jedoch wurde beim Versuch, oberflächenaktive Zusammensetzungen mit hoher Konzentration von Phosphatestersalzen herzustellen, festgestellt, dass die Zusammensetzungen manchmal eher steife oder unbewegliche, nicht fließfähige oder nicht pumpfähige Gele als leicht zu handhabende fluide Lösungen bilden. Wenn versucht wurde, oberflächenaktive Phosphatestersalz enthaltende Zusammensetzungen mit hohem Feststoffgehalt herzustellen, trat zusätzlich manchmal eine Phasentrennung oder während der anschließenden Lagerzeiträume auf. In den meisten Fällen war es unmöglich, fluide oder pumpfähige Zusammensetzungen aus Phosphatestersalz mit über 30 bis 40 Gew.-% wirksamem Bestandteil herzustellen.

[0005] Um diesen Nachteilen zu begegnen, wurden vorher verschiedene Versuche durchgeführt. Zum Beispiel wurde vorgeschlagen, ein Gemisch von unterschiedlichen oberflächenaktiven Mitteln, wie zum Beispiel in den U.S.-Patenten 4,753,754 und 5,139,781 offenbart. Ein anderer Versuch war, wässrige Lösungen von solchen oberflächenaktiven Mitteln mit im Allgemeinen großen Mengen an Alkoholen oder anderen Colösungsmitteln, wie Propylenglycol, Dipropylenglycol oder Ethanol, zu formulieren, die als Verdünnungsmittel und Mittel zum Löslichmachen dienen, wobei sie die Viskosität der Lösung verringern und die Bildung eines nicht fließfähigen Gels hemmen. Jedoch ist es zur Herstellung vieler Formulierungen nicht erwünscht, Gemische von oberflächenaktiven Mitteln zu verwenden; tatsächlich ist ihre Verwendung zu vermeiden, da sie unnötigerweise das Formulierungsverfahren komplizieren. Insbesondere in kosmetischen Formulierungen oder Formulierungen von Körperpflegeprodukten besteht in zahlreichen Fällen ein Bedarf, die Verwendung von Alkohol oder anderen Colösungsmittelkomponenten in den Formulierungen auszuschließen.

[0006] Außerdem hatten andere vorher vorgeschlagene Versuche, wie die Verwendung von Alkanolaminsal-

zen von Mono- oder Dialkylphosphaten oder die gemeinsame Verwendung von Alkylsulfaten oder oberflächenaktiven Mitteln aus Sulfonatsalz andere unerwünschte reizende Bestandteile eingeführt oder verringern die gewünschten Eigenschaften der oberflächenaktiven Phosphatmittel.

[0007] Daher ist es erwünscht, dass oberflächenaktive Zusammensetzungen, die hohe Konzentrationen an oberflächenaktiven Mitteln aus Alkylphosphatsalz aufzuweisen, in stabiler pumpfähiger flüssiger Form verfügbar sind, die das Vorhandensein solcher nicht erwünschter anderer oberflächenaktiver Mittel oder großer Mengen an Colösungsmittel oder Alkoholen nicht erfordern, und minimale Mengen an verschneidenden Zusätzen, inaktiven oder die Leistung verschlechternden Komponenten aufweisen. Es ist weiterhin erwünscht, dass solche oberflächenaktive Zusammensetzungen mit hoher Konzentration von oberflächenaktiven Mitteln aus Alkylphosphat in wässriger Form zur Verwendung in kosmetischen Produkten und Körperpflegeprodukten verfügbar sind.

[0008] Eine weitere Aufgabe dieser Erfindung ist, solche stabilen pumpfähigen oder fließfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen bereitzustellen, die bei geringen Temperaturen pumpfähig sind. Eine weitere Aufgabe dieser Erfindung ist, eine in hohem Maße konzentrierte pumpfähige oder fließfähige oberflächenaktives Mittel aus Alkylphosphatsalz enthaltende Zusammensetzung, die hohen Gehalt an Monoalkylphosphatester relativ zu Dialkylphosphatestern aufweist, die transparent, vorzugsweise klar und farblos ist, leicht hergestellt wird und gute Löslichkeit, Schäumbarkeit und reinigende Eigenschaften beibehält und erwünschte Schaumdichte, Stabilität und Eigenschaft des guten Hautgefühls bereitstellt. Eine noch weitere Aufgabe dieser Erfindung ist es, solche in hohem Maße konzentrierte wässrige oberflächenaktive Zusammensetzungen von im wesentlichen Monoalkylphosphatesteralsalen mit wenig restlichem Ausgangsalkohol- und Phosphorsäuregehalt bereitzustellen.

[0009] Noch eine andere Aufgabe dieser Erfindung ist es, eine solche stabile pumpfähige flüssige oberflächenaktive Zusammensetzung mit einem maximalen Prozentsatz an aktiver Konzentration und einer minimalen Menge an verschneidenden Zusätzen, inaktiven Komponenten oder die Leistung verschlechternden Komponenten bereitzustellen.

Kurze Zusammenfassung der Erfindung

[0010] Diese Erfindung stellt stabile pumpfähige oder fließfähige wässrige oberflächenaktives Mittel aus Alkylphosphatestersalz enthaltende Zusammensetzungen mit einem Molverhältnis von Mono- zu Dialkylphosphatestern von gleich oder größer als 80:20 und mit einem Feststoffgehalt von mindestens 40 Gew.-% bereit und ist im wesentlichen frei von wasserlöslichem Alkohol oder organischen Colösungsmitteln. Diese neuen oberflächenaktiven Zusammensetzungen weisen eine oder mehrere pumpfähige oder fließfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten auf, insbesondere über einen Bereich von pH-Werten der wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzung von pH 5 bis pH 10.

[0011] Diese Erfindung stellt auch stabile pumpfähige oder fließfähige oberflächenaktives Mittel aus Alkylphosphatestersalz enthaltende Zusammensetzungen bereit, wobei die Alkylphosphatesteralsalze mindestens etwa 60 Gew.-% Alkylphosphatesteralsalze mit Alkoholen mit C₁₂ oder weniger Kohlenstoffatomen in der Kette, insbesondere linearen oder verzweigten aliphatischen Alkoholen, umfasst.

Detaillierte Beschreibung und bevorzugte Ausführungsformen

[0012] Die neuen stabilen pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen von Alkylphosphatesteralsalen mit hohem Gehalt an Monoalkylphosphat dieser Erfindung sind insbesondere in kosmetischen Produkten und Körperpflegeprodukten wegen ihrer Schäumungsmenge, Reinigungswirkung und nicht-reizenden Eigenschaften, sowie ihrer gewünschten Schaumdichte, Stabilität und des Hautgefühls geeignet. Die pumpfähigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen dieser Erfindung sind im wesentlichen frei von wasserlöslichen Alkoholen, Colösungsmitteln oder anderen nicht erwünschten oberflächenaktiven Mitteln.

[0013] Pumpfähige wässrige oberflächenaktive Zusammensetzungen dieser Erfindung sind durch einen geringen Grad an restlicher Phosphorsäure und restlichem Alkohol gekennzeichnet. Pumpfähige wässrige oberflächenaktive Zusammensetzungen der Erfindung werden aus Alkylphosphatesterzusammensetzungen mit hohem Grad an Monoalkylphosphaten relativ zu Dialkylphosphaten, d.h. einem Molverhältnis von Mono- zu Dialkylphosphatestern von gleich oder größer als 80:20, vorzugsweise 90:10 oder größer und stärker bevorzugt größer als 95:5, hergestellt. Die Phosphatesterzusammensetzungen mit geringer restlicher Phosphorsäure und restlichem Alkoholgehalt und hoher Menge an Monoalkylphosphaten, die zur Herstellung der wässrigen

pumpfähigen oberflächenaktiven Zusammensetzung dieser Erfindung zu verwenden sind, werden mit dem Verfahren, das in den U.S.-Patenten 5,463,101, 5,550,274 und 5,554,781, sowie in der EP-Veröffentlichungsnummer EP-A2-0 675 076, insbesondere beschrieben in Beispiel 18 der EP-Veröffentlichung offenbart ist, hergestellt.

[0014] Die Alkylphosphatester Salze werden durch Rühren der geeigneten Alkylphosphatester, die hohen Gehalt an Monoalkylphosphatester aufweisen, in eine Lösung einer geeigneten Base hergestellt. Als Beispiele der geeigneten Basensubstanzen zur Herstellung der Salze der Alkylphosphatester können Natrium-, Kalium-, Lithium- oder Ammoniumhydroxide und Amine, wie zum Beispiel Triethanolamin (TEA) und 2-Amino-2-methyl-1-propanol (AMP) aufgeführt werden. Die Salze der Monoalkylphosphatester können Salze jedes geeigneten Molverhältnisses Base:Säure, wie Salze im Verhältnis 0,8, 1, 1,5 oder 1,7 sein.

[0015] Zum Bilden der erfindungsgemäßen pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen verwendete Alkylphosphatester werden vorzugsweise aus Alkoholen oder Gemischen von Alkoholen hergestellt, die typischerweise in natürlichen Ölen, zum Beispiel Kokosölen, mit einer Kohlenstoffkettenlänge von C₈ bis C₁₈ zu finden sind. Gemische von linearen und verzweigten, gesättigten und ungesättigten Alkoholen sind möglich, aber mindestens 60 Gew.-%, stärker bevorzugt mindestens 70 Gew.-% und am stärksten bevorzugt mindestens 90 % und sogar 99 Gew.-% des Gemisches sollten Alkohole mit 12 oder weniger Kohlenstoffkettenatomen sein. Diese Alkohole werden in den Phosphatisierungsverfahren verwendet, die in den vorstehend genannten drei U.S.-Patenten und der EP-Patentveröffentlichung beschrieben sind. Als Beispiele solcher Alkohole können Octanol, Decanol, Dodecanol, Tetradecanol, Hexadecanol und Octadecanol oder Gemische von Alkoholen, wie ein im Handel erhältliches Gemisch von etwa 0,1 % Decanol, etwa 68,3 % Dodecanol, etwa 27,6 % Tetradecanol und etwa 4,9 % Hexadecanol, aufgeführt werden. Vorzugsweise umfassen die Alkylphosphatestersalze Salze von hauptsächlich C₁₀ bis C₁₂-Alkoholen oder C₈- bis C₁₂- Alkoholen. Jeder geeignete Alkohol oder jedes geeignete Gemisch von Alkoholen kann verwendet werden, sofern mindestens 60 Gew. % C₁₂- oder kürzerkettiger Alkohol oder Alkohole im Alkoholumsetzungsteilnehmer für das Phosphatisierungsverfahren vorliegen.

[0016] Die erfindungsgemäßen pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen weisen ein Verhältnis von Mono- zu Dialkylphosphatester von gleich oder größer als 80:20 auf, weisen einen Feststoffgehalt von mindestens 40 Gew.-% auf, und zeigen eine oder mehrere pumpfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten der wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzung, insbesondere in einem Bereich von pH-Werten von pH 5 bis pH 10. Die pumpfähigen Zusammensetzungen können zum Beispiel in lamellarer oder mizellarer Phase vorliegen.

[0017] Die restliche Phosphorsäure oder der restliche Alkoholgehalt der pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen der Erfindung sind im Allgemeinen geringer als 8 Gew.-%, vorzugsweise geringer als 6 Gew.-% und stärker bevorzugt geringer als 5 Gew.-% jeder restlichen Komponente. Ein höherer Phosphorsäuregehalt trägt zu höherer Viskosität und Salzgehalt bei, und die Alkohole, die beschränkte Löslichkeit in Wasser aufweisen, neigen zum Abtrennen oder tragen zur Trübung der Lösung bei.

[0018] Insbesondere bevorzugt sind jene pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen der Erfindung, die im wesentlichen transparent sind, insbesondere im wesentlichen klar und noch stärker bevorzugt im wesentlichen farblos sind, wenn sie sich in ihren pumpfähigen Regionen befinden.

[0019] Die erfindungsgemäßen pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzungen sind dadurch gekennzeichnet, dass sie pumpfähig oder fließfähig bei niedrigen Temperaturen, zum Beispiel bei Temperaturen unter 40°C, insbesondere im Temperaturbereich von 5°C bis 40°C, sind.

[0020] Wenn der gesamte Feststoffgehalt der pumpfähigen wässrigen oberflächenaktiven Zusammensetzung mindestens 40 Gew.-% beträgt, werden im Allgemeinen 40 % bis 70 Gew.-% Alkylphosphatestersalz vorliegen.

[0021] Die Erfindung wird durch die folgenden veranschaulichenden, aber nicht einschränkenden Beispiele veranschaulicht. Alle Phosphatester wurden durch Phosphatierung des gewählten Alkohols oder Gemisches von Alkoholen gemäß den in der europäischen Patentveröffentlichung EP-A2-0 675 076 beschriebenen Verfahren, insbesondere Beispiel 18 davon, mit Anpassung der Reagenzeinbringmengen, wie geeignet für die verschiedenen Molekulargewichte der Alkohole oder gewünschten Verteilungen des Esterprodukts, hergestellt.

Beispiel 1

Herstellung von Dodecylphosphat

[0022] Ein vorgetrockneter Reaktor wurde unter im wesentlichen wasserfreien Bedingungen einer Bedeckung mit trockenem Stickstoff mit 155,8 kg (343,5 lb) Dodecanol beschickt, der zum Schmelzen und Bereitstellen einer leicht rührbaren Flüssigkeit auf 35°C erwärmt wurde. Polyphosphorsäure, (115 %), 50,5 kg (111,3 lb) wurde dann zur gerührten Flüssigkeit unter Kühlen gegeben, um die Temperatur unter 45°C zu halten. Das Rühren wurde 30 min fortgesetzt, um eine homogene Lösung sicherzustellen. Phosphorsäureanhydridpulver, 18,1 kg (40,0 lb) wurde dann unter Kühlen zugegeben, um die Temperatur unter 55°C zu halten, und das schnell gerührte Gemisch auf 80°C erwärmt und bei der Temperatur gehalten. Der Reaktionsfortschritt wurde durch die Änderung im zweiten Säurewert verfolgt und nachdem er sich stabilisiert hatte, wurden 1,1 kg (2,5 lb) Wasser zugegeben und das Rühren zwei Stunden bei 80°C fortgesetzt. Die Charge wurde dann auf 65°C abgekühlt, 0,45 kg (1,0 lb) 35 %iges Wasserstoffperoxid zugegeben, die Lösung 30 Minuten gerührt und für eine Übertragung fertig gemacht. Die Produktzusammensetzung, bestimmt durch ³¹P, ¹³C und ¹H magnetische Kernresonanzspektroskopie, betrug, auf das Gewicht bezogen, 6,2 % Phosphorsäure, 76,0 % Mono(dodecyl)phosphat, 12,4 % Di(dodecyl)phosphat, 4,8 % nicht ionische Substanzen (restlicher Alkohol) und 0,6 % Wasser (Karl-Fischer-Titration). Säurewert 1 (erster Titrationswendepunkt, pH ~ 5,6) war 210,7 mg KOH/g Probe.

Beispiel 2

Herstellung von wässriger 42 %iger Kaliumdodecylphosphatlösung

[0023] In einen sauberen trockenen Reaktor wurden hintereinander 106,7 kg (235,2 lb) Kaliumhydroxidlösung (45 %) und 180,3 kg (397,5 lb) entionisiertes Wasser eingebracht. Die Lösung wurde auf 60°C erwärmt, was über dem Schmelzpunkt des Säurephosphatesters ist, und eine Portion von 159,5 kg (351,7 lb) des geschmolzenen Produktgemisches aus dem vorstehenden Beispiel 1 in die gerührte Flüssigkeit unter Kühlen gepumpt, um die Temperatur auf 60 – 65°C zu halten. Das Rühren wurde eine Stunde fortgesetzt, um eine gleichförmige Lösung sicherzustellen, die Charge wurde unter 50°C abgekühlt und zur Lagerung übergeführt. Der Prozentsatz (%) an Feststoffe, bestimmt auf einem Mettler LJ16 Feuchtigkeitsanalysator (120°C, 120 min) betrug 42 Gew.-% und die Karl-Fischer-Titrationsfeuchtigkeit 58 Gew. %. Der pH-Wert der klaren, farblosen Lösung betrug 8,20 und die Viskosität (bei 25°C) 50 cps. Der theoretische Prozentsatz an Feststoffen wurde mit 43 % berechnet und das Kalium/Phosphor (K/P) Molverhältnis als 1,43.

Beispiel 3

Herstellung von Dodecylphosphat

[0024] Mit einem Verfahren ähnlich zu Beispiel 1 wurde eine zusätzliche Menge des Monoalkylangereicherten Laurylphosphats hergestellt und das geschmolzene Produktgemisch auf einem Edelstahl-Riemenflockenstuhl ausgeflockt. Die auf das Gewicht bezogene Zusammensetzung betrug 6,6 % Phosphorsäure, 72,2 % Mono(dodecyl)phosphat, 13,0 % Di(dodecyl)phosphat, 6,5 % nicht-ionische Substanzen (Dodecanol) und 1,7 % Wasser. Der Säurewert 1 betrug 208,4 mg KOH/g Probe.

Beispiel 4

Herstellung von wässriger 61 %iger Kaliumdodecylphosphatlösung

[0025] Ein 21-Vierhalsrundkolben, ausgestattet mit einem Luftmotor-betriebenen Teflonblattrührer, Thermofühler und Kondensator wurde mit 457,40 g entionisiertem Wasser und 257,59 g 85%igem Kaliumhydroxid beschickt. Das Gemisch wurde gerührt, bis das Granulat gelöst war, und die Lösungstemperatur bei 60°C in einem Ölbad stabilisiert. Das erneut geschmolzene Dodecylphosphat aus Beispiel 3 wurde in einen Druckausgleichs-Zugabetrichter eingebracht, der mit einer Wärmelampe mit 250 Watt erwärmt wurde, um ein Verfestigen zu verhindern, und 731,6 g innerhalb eines Zeitraums von 65 min zugegeben, während das Gemisch auf 82°C erwärmt wurde. Das Rühren wurde eine weitere Stunde fortgesetzt, um eine gleichförmige Zusammensetzung, frei von Klumpen, sicherzustellen. Das Produkt wurde im heißen Zustand in Flaschen abgefüllt.

[0026] Der theoretische Salzfeststoffgehalt betrug 61 %, aber die Feuchtigkeitsaffinität machte eine genaue Bestimmung schwierig; der Karl-Fischer-Feuchtigkeitswert betrug nur 37 %. Die weiche pastenartige Zusammensetzung wurde auf eine Lösung mit 50 % Feststoff verdünnt und der pH-Wert mit 7,8 bei einem theoreti-

schen Kaliumn/Phosphor-Molverhältnis von 1,44 bestimmt.

Beispiel 5

Kaliumdodecylphosphatlösung mit höherem K/P Verhältnis

[0027] Wie für Beispiel 4 wurden 653,4 g Dodecylphosphat aus Beispiel 3 zu 272,6 g Kaliumhydroxid (85 %) in 817,2 g entionisiertem Wasser über einen Zeitraum von 70 min und einen Temperaturbereich von 64 bis 84°C gegeben. Die erhaltene Salzlösung mit 47 % Feststoff, Kalium/Phosphor (K/P)-Molverhältnis 1,70 ließ man unter fortgesetztem Rühren auf Raumtemperatur abkühlen und sie wurde leicht in Aufnahmebehälter gegossen. Der pH-Wert betrug 8,8.

Beispiel 6

Kaliumdodecylphosphatlösung mit stöchiometrischem K/P Verhältnis

[0028] Wie für Beispiel 4 wurden 502,9 g Dodecylphosphat aus Beispiel 3 zu 232,1 g Kaliumhydroxidlösung (44,9 Gew.-%) gegeben, mit zusätzlichen 595,2 g entionisiertem Wasser während eines Zeitraums von 25 min und in einem Temperaturbereich von 61 bis 81 °C verdünnt. Das erhaltene Kalium/Phosphor-Molverhältnis von 0,99 war nahe dem gewünschten von 1,00, das stöchiometrische Verhältnis für die 43,1%ige Salzlösung und der pH-Wert der leicht viskosen perlsteinenden Flüssigkeit bei Raumtemperatur betrug 6,0.

Beispiel 7

Kaliumdodecylphosphatzusammensetzung mit weniger als stöchiometrischem K/P Verhältnis

[0029] Eine Laborcharge Dodecylphosphat wurde mit einem ähnlichen Verfahren zu Beispiel 1 mit einem ersten Säurewert von 209,6 mg KOH/g Probe und einer Gewichts zusammensetzung von 6,4 % Phosphorsäure, 72,3 % Mono(dodecyl)phosphat, 13,0 % Di(dodecyl)phosphat, 7,7 % nicht ionischen Substanzen und 0,6 % Wasser hergestellt. Die in Beispiel 4 beschriebene Ausstattung wurde mit 200,9 g entionisiertem Wasser beschickt und 118,3 g des geschmolzenen sauren Dodecylphosphats in die gerührte Flüssigkeit gegossen, wobei eine weiße cremige leicht zu rührende Zusammensetzung erhalten wurde. Zu dieser Lotion mit 35°C wurden 59,9 g Kaliumhydroxidlösung (44,5 Gew.-%) gegeben, um eine 36 %ige Salzzusammensetzung bei 47°C mit einem theoretischen Kalium/Phosphor-Molverhältnis von 0,84 herzustellen. Zusätzliche 150,1 g des sauren Dodecylphosphats wurden eingemischt, gefolgt von 66,4 g 44,5 %iger Kaliumhydroxidlösung. Die Temperatur erreichte innerhalb Minuten ein Maximum von 52°C, begann dann abzunehmen. Die cremige leicht zu rührende gleichförmige Lotion wurde auf 75°C erwärmt, um zu versuchen, sie zu schmelzen, aber wenn keine signifikante Änderung beobachtet wurde, ließ man sie auf Raumtemperatur abkühlen, um eine stabile schaumige leicht zu rührende Schlagsahne-ähnliche Substanz zu bilden, die nicht weiter charakterisiert wurde. Die berechneten Feststoffe für die Salzzusammensetzung betragen 51 % und das Kalium/Phosphor-Molverhältnis betrug 0,78.

Beispiel 8

Mit Monoalkylphosphat angereichertes Estergemisch aus C₁₀-C₁₆-Alkoholgemisch

[0030] Mit einem Verfahren ähnlich zu Beispiel 1, aber im Labormaßstab wurden 345,4 g Phosphorsäure (115 %) und 101,0 g Phosphorsäureanhydrid der Reihe nach zu 1066,9 g eines teilweise fraktionierten natürlichen Gemisches von Decyl- bis Hexadecylalkoholen, Hydroxylzahl 287, berechnetes mittleres Molgewicht 195,49, gegeben. Obwohl die auf das Gewicht bezogene Produktverteilung in diesem Fall wegen der gemischten Alkoholdialkylphosphate weniger Bedeutung aufweist, betrug die erhaltene Produktzusammensetzung, berechnet aus den spektroskopischen Daten, 6,1 % Phosphorsäure, 71,7 % Monoalkylphosphate, 15,4 % Dialkylphosphate, 6,2 % nicht ionische Substanzen und 0,6 % Wasser. Der Säurewert 1, erforderlich für die Berechnung der Grundzugabe bei der Salzherstellung, betrug 206,1 mg KOH/g Probe.

Beispiel 9

Kaliumsalzlösung von C₁₀-C₁₆-Phosphatestergemisch

[0031] Mit dem Verfahren von Beispiel 4 wurden 100,13 g des Phosphatestergemisches aus Beispiel 8 zu

24,24 g Kaliumhydroxid (85 %) in 192,42 g entionisiertem Wasser bei 60 – 65°C gegeben. Die erhaltene schaumige weiße Zusammensetzung mit moderater Viskosität wurde im warmen Zustand in Flaschen abgefüllt. Der pH-Wert der erhaltenen Salzlösung mit 36 % Feststoffen, mit einem Kalium/Phosphor-Molverhältnis von 1,00, betrug 6,4.

Beispiel 10

[0032] Die Zusammensetzung mit 36 % Feststoffen aus Beispiel 9 wurde in einen Ofen mit einer konstanten Temperatur von 80°C gegeben, um das Wasser zu verdampfen, bis die Endkonzentration der Feststoffe dieser Kaliumsalz-Alkylphosphatlösung mit gemischten Alkoholen mit einer C₁₀₋₁₆-Kohlenstoffkette 42,5 % betrug. Der pH-Wert der Probe betrug pH 6,2. Eine Zugabe einer 45%igen KOH-Lösung zu der 42,5 %igen Feststoffprobe wurde zum Einstellen des pH-Werts auf pH 6,5, 7,0, 8,0, 8,5 bzw. 9,0 durchgeführt und das Aussehen der Lösung und die Phasenstruktur untersucht. Die Beobachtungen waren folgende:

pH	6,5	7,0	8,0	8,5	9,0
Aussehen der Lösung	Fließfähige lamellare Phase	Fließfähige lamellare Phase	Wolkige Flüssigkeit mit geringer Viskosität	Wolkige viskose Lösung	Wolkige viskose Lösung

[0033] Die Lösungen waren fließfähig oder pumpfähig bei all diesen pH-Werten bei Raumtemperatur.

Beispiel 11

[0034] Die 61 %ige Feststoffzusammensetzung von Beispiel 4 wurde mit entionisiertem Wasser verdünnt, um die Endkonzentration der Kaliumdodecylphosphatlösung auf 45 % Feststoffe einzustellen. Der pH-Wert dieser Probe betrug 7,8. Eine Zugabe von 45 %iger Kaliumhydroxidlösung oder 50 %iger Citronensäurelösung zu dieser Probe wurde zum Einstellen des pH-Werts auf pH 6,5, 8,0, 8,5 bzw. 9,0 durchgeführt und das Aussehen der Lösung und die Phasenstruktur untersucht. Die Beobachtungen waren folgende:

pH	6,5	8,0	8,5	9,0
Aussehen der Lösung	Fließfähige lamellare Phase	Klare mizellare Lösung	Klare mizellare Lösung	Klare mizellare Lösung

[0035] Diese Lösungen waren ähnlich fließfähig oder pumpfähig bei Raumtemperatur.

Beispiel 12

[0036] Die 61 %ige Zusammensetzung von Beispiel 4 wurde mit entionisiertem Wasser zum Einstellen der Endkonzentration der Kaliumdodecylphosphatlösung auf 50 % Feststoffe verdünnt. Der pH-Wert dieser Probe betrug 7,8. Eine Zugabe von 45 %iger KOH Lösung oder 50 %iger Citronensäurelösung zu dieser Probe wurde zum Einstellen des pH-Werts auf pH 6,5, 7,0 bzw. 8,5 durchgeführt und das Aussehen der Lösung und die Phasenstruktur untersucht. Die Beobachtungen waren folgende:

pH	6,5	7,0	8,5
Aussehen der Lösung	Viskose lamellare Phase	Viskose lamellare Phase	Klare mizellare/lamellare Lösung

[0037] Diese Lösungen waren fließfähig oder pumpfähig bei Raumtemperatur.

Patentansprüche

1. Pumpfähige wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung, umfassend Wasser und ein oberflächenaktives Mittel, welches im wesentlichen aus Alkylphosphatesternsalzen besteht, wobei das molare Verhältnis von Mono- zu Dialkylphosphatestern gleich oder größer als 80:20 ist, die Zusammensetzung im wesentlichen frei von wasserlöslichem Alkohol oder Colösungsmittel ist, einen Feststoffgehalt von mindestens

40 Gew.-% aufweist und einen oder mehrere pumpfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten der wäßrigen oberflächenaktives Mittel enthaltenden Zusammensetzung aufweist.

2. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei die Zusammensetzung eine oder mehrere pumpfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten der wäßrigen oberflächenaktives Mittel enthaltenden Zusammensetzung von pH 5 bis pH 10 aufweist.

3. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 2, wobei die Alkylphosphatestersalze mindestens 60 Gew.-% an Salzen von Alkylphosphatestern mit aliphatischen Alkoholen mit C₁₂ oder weniger Kohlenstoffatomen in der Kette umfassen.

4. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 3, wobei die wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung im wesentlichen transparent ist.

5. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 3, wobei die Zusammensetzung einen pH von 7,5 oder höher aufweist.

6. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 3, wobei die Alkylphosphatestersalze mindestens 80 Gew.-% an Salzen von Alkylphosphatestern mit aliphatischen Alkoholen mit vorwiegend C₁₂ oder weniger Kohlenstoffatomen in der Kette umfassen.

7. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 3 oder 6, wobei der aliphatische Alkohol vorwiegend lineare oder verzweigte aliphatische C₈-C₁₂-Alkohole umfaßt.

8. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 6, wobei der aliphatische Alkohol vorwiegend lineare oder verzweigte aliphatische C₁₀-C₁₂-Alkohole umfaßt.

9. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, wobei das molare Verhältnis von Mono- zu Dialkylestern gleich oder größer als 90:10 ist.

10. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die Salze aus Natrium-, Kalium-, Lithium-, Ammonium- und Aminsalzen ausgewählt sind.

11. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, die bei einer Temperatur zwischen 5°C bis 40°C fließfähig ist.

12. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 7, wobei der aliphatische Alkohol etwa 99% C₁₂-Alkohol umfaßt.

13. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 12, welche eine oder mehrere pumpfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten der wäßrigen oberflächenaktives Mittel enthaltenden Zusammensetzung von pH 5 bis pH 10 bei einer Temperatur zwischen 5°C und 40°C aufweist und im wesentlichen transparent ist.

14. Wäßrige oberflächenaktives Mittel enthaltende Zusammensetzung gemäß Anspruch 13, welche im wesentlichen klar ist und mindestens zwei pumpfähige Regionen in einem Bereich von pH-Werten von pH 5 bis pH 10 aufweist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen