(19) **日本国特許庁(JP)** 

# (12) 特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第5650314号 (P5650314)

(45) 発行日 平成27年1月7日(2015.1.7)

(24) 登録日 平成26年11月21日(2014.11.21)

(51) Int.Cl. F I

 DO 6M
 15/267
 (2006.01)
 DO 6M
 15/267

 DO 6M
 13/00
 (2006.01)
 DO 6M
 13/00

 DO 6M
 15/643
 (2006.01)
 DO 6M
 15/643

請求項の数 14 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2013-502880 (P2013-502880)

(86) (22) 出願日 平成23年4月1日 (2011.4.1) (65) 公表番号 特表2013-524037 (P2013-524037A)

(43) 公表日 平成25年6月17日 (2013.6.17)

(86) 国際出願番号 PCT/US2011/030874 (87) 国際公開番号 W02011/123746

(87) 国際公開日 平成23年10月6日 (2011.10.6) 審査請求日 平成24年9月28日 (2012.9.28)

(31) 優先権主張番号 61/320,032

(32) 優先日 平成22年4月1日 (2010.4.1)

(33) 優先権主張国 米国(US)

||(73)特許権者 590005058

ザ プロクター アンド ギャンブル カ

ンパニー

アメリカ合衆国オハイオ州,シンシナティ ー. ワン プロクター アンド ギャンブ

ル プラザ (番地なし)

|(74)代理人 100117787

弁理士 勝沼 宏仁

|(74)代理人 100091487

弁理士 中村 行孝

(74)代理人 100107342

弁理士 横田 修孝

(74)代理人 100111730

弁理士 伊藤 武泰

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】コポリマーを含む布地ケア組成物

# (57)【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

(i)シリコーン又は香料を含む布地ケア活性物質と、

( i i )

a)水溶性エチレン性不飽和モノマー、又は少なくとも1つのカチオン性モノマーと 少なくとも1つの非イオン性モノマーとを含むモノマーのプレンドであって、

前記カチオン性モノマーは、式(I):

## 【化1】

 $R_{1} - C = C - C - X - R_{3} - N - R_{5}$   $R_{1} - C = C - C - X - R_{3} - N - R_{5}$   $R_{6}$ (I)

(式中、

R<sub>1</sub>は、水素又はメチルから選択され<u>、</u>

30

40

 $R_2$  は、水素又は  $C_1 \sim C_4$  アルキルから選択され、

 $R_3$  は、 $C_1 \sim C_4$  アルキレンから選択され、

R  $_4$  、R  $_5$  、及びR  $_6$  は、それぞれ独立して、水素又はC  $_1$  ~ C  $_4$  アルキルから選択され、

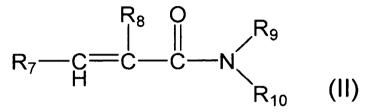
(2)

X は、 - O - 又は - N H - から選択され、

による化合物であり、

前記非イオン性モノマーは、式(II):

## 【化2】



(式中、

Rっは、水素又はメチルから選択され、

 $R_{g}$ は、水素又は $C_{1}$  ~  $C_{4}$  アルキルから選択され、

R<sub>9</sub>及びR<sub>10</sub>は、それぞれ独立して、水素又はC<sub>1</sub> ~ C<sub>4</sub> アルキルから選択され<u>、</u> 20 b)成分a)の重量に対して 0.5 p p m ~ 5 0 0 p p m の量の少なくとも 1 つの架橋剤、及び

c)成分a)に対して1000ppm<u>超の</u>量の少なくとも1つの連鎖移動剤、の重合により形成される少なくとも1つのポリマーと、 を含み、

前記ポリマーが、4%~9%のイオン性回復を有し、前記イオン性回復が、(x - y) / x x 1 0 0 (式中、x は標準的な剪断力を適用した後に測定されるイオン性であり、 y は、標準的な剪断力を適用する前のポリマーのイオン性である)として計算され、

<u>前記ポリマーが、1,000,000~3,000,000ダルトンの数平均分子量(Mn)を含み、前記ポリマーが、4,000,000~11,000,000ダルトンの</u>重量平均分子量(Mw)を含む、布地ケア組成物。

# 【請求項2】

前記成分a)が、50~70重量<u>%の</u>カチオン性モノマーと、30~50重量<u>%の</u>非イオン性モノマーとを含む、請求項1に記載の組成物。

# 【請求項3】

前記架橋剤が、少なくとも3以上のエチレン性不飽和部<u>分を</u>含有する、請求項1又は2 に記載の組成物。

#### 【請求項4】

前記連鎖移動剤がギ酸である、請求項1~3のいずれか一項に記載の組成物。

#### 【請求項5】

前記布地ケア組成物が、前記布地ケア組成物の0.01重量%~0.3重量<u>%の</u>ポリマーを含む、請求項1~4のいずれかに記載の組成物。

#### 【請求項6】

p H が 2 ~ 5 である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の組成物。

#### 【請求項7】

1%~49%の4級アンモニウムを含む布地柔軟仕上げ活性物質を含む、請求項1~6のいずれか一項に記載の組成物。

#### 【請求項8】

脆破性香料マイクロカプセルを含む、請求項1~7のいずれか一項に記載の組成物。

#### 【請求項9】

## 【請求項10】

前記布地ケア組成物の0.5重量%~2重量%の純香料を含む、請求項1~9のいずれか一項に記載の組成物。

(3)

# 【請求項11】

前記布地ケア組成物の1重量%~4重量%のシリコーンを含む、請求項1~10のいずれか一項に記載の組成物。

# 【請求項12】

前記ポリマーが<u>、1</u>,500,000~2,500,00ダルトンの数平均分子量(Mn)を含み、前記ポリマーが<u>、4</u>,000,00~6,000,00ダルトンの重量平均分子量(Mw)を含む、請求項1~<u>11</u>のいずれか一項に記載の組成物。

#### 【請求項13】

前記組成物のpHが2~5である、請求項1~12のいずれか一項に記載の組成物。

# 【請求項14】

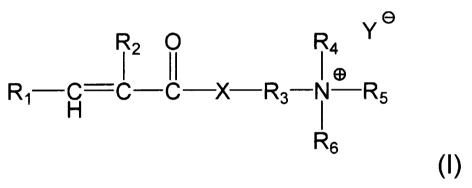
(i)シリコーン又は香料を含む布地ケア活性物質と、

( i i )

a)水溶性エチレン性不飽和モノマー又は少なくとも1つのカチオン性モノマー及び 少なくとも1つの非イオン性モノマーを含むモノマーのブレンドであって、

前記カチオン性モノマーは、式(I):

# 【化3】



(式中、

R」は、水素又はメチルから選択され、

 $R_2$  は、水素又は $C_1 \sim C_4$  アルキルから選択され、

 $R_3$  は、 $C_1 \sim C_4$  アルキレンから選択され、

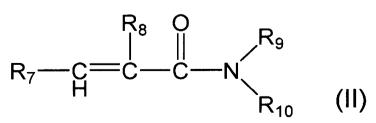
R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>、及びR<sub>6</sub>は、それぞれ独立して、水素又はC<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>アルキルから選択され、

X は、 - O - 又は - N H - から選択され、

に係る化合物であり、

前記非イオン性モノマーは、式(II):

## 【化4】



(式中、 50

20

10

30

Rっは、水素又はメチルから選択され、

R。は、水素又はC<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>アルキルから選択され、

R。及びRı。は、それぞれ独立して、水素又はCı~C』アルキルから選択され、

b)成分a)の重量に対して5ppm超の量の少なくとも1つの架橋剤、及び

c)成分a)に対して100ppm超の量の少なくとも1つの連鎖移動剤、

の重合により形成される少なくとも1つのポリマーと、

重量平均分子量(Mw)を含む、布地ケア組成物。

#### を含み、

前記ポリマーが、4%~9%のイオン性回復を有し、前記イオン性回復が、(x-y)/x x 1 0 0 (式中、x は標準的な剪断力を適用した後に測定されるイオン性であり、y は、標準的な剪断力を適用する前のポリマーのイオン性である)として計算され、前記ポリマーが、1,000,000~3,000,000Mn)を含み、前記ポリマーが、4,000,000~11,000,000

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

[0001]

本発明は、コポリマーを含む布地ケア組成物に関する。

【背景技術】

[0002]

布地ケア組成物で使用するためのコポリマーについて記載されている。

【 0 0 0 3 **】** 

米国特許出願公開第2006/0094639A1号、国際公開第90/12862号。これらポリマーの一部は、粘度調整効果について記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

[0004]

【特許文献1】米国特許出願公開第2006/0094639A1号

【特許文献2】国際公開第90/12862号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

[0005]

しかし、粘度効果を付与するだけでなく、布地に対する活性物質の付着も増加させるポリマーを同定することが継続的に必要とされている。このような付着助剤の効果は、布地への付着を強化することにより香料及びシリコーン等の布地ケア活性物質の有効性をより高め、それにより製剤化コストを抑えることができる。実際、シリコーンは、布地に付与される「触感効果」を付与するために重要であり、一方、香料は、布地に「新鮮さ」効果を付与するために重要である。また、布地柔軟仕上げ剤等の多くの布地ケア組成物は、典型的に、低pH(例えば、pH 7未満)で製剤化されるので、これらポリマーを低pHで安定化することが必要とされている。

【課題を解決するための手段】

[0006]

本発明は、本発明の1つの態様では、布地ケア活性物質と、a)水溶性エチレン性不飽和モノマー又は少なくとも1つのカチオン性モノマー及び少なくとも1つの非イオン性モノマーを含むモノマーのブレンド(以下「成分a)」)、b)成分a)の重量に対して0.5pm超の量の少なくとも1つの架橋剤、並びにc)成分a)の重量に対して1000pm超の量の少なくとも1つの連鎖移動剤の重合により形成される少なくとも1つのポリマーとを含む布地ケア組成物を提供することにより前記必要性のうちの1以上を解決することを試みる。

[0007]

本発明の別の態様では、布地ケア組成物は、布地ケア活性物質と、a)水溶性エチレン

10

20

30

40

性不飽和モノマー又は少なくとも1つのカチオン性モノマー及び少なくとも1つの非イオン性モノマーを含むモノマーのプレンド、b)成分a)の重量に対して5ppm超の量の少なくとも1つの架橋剤、並びにc)成分a)の重量に対して100ppm超の量の少なくとも1つの連鎖移動剤の重合により形成される少なくとも1つのポリマーとを含む。

[0008]

1つの実施形態では、ポリマーは、成分a)の重量に対して40ppm~70ppm、あるいは50ppm~60ppm、あるいは50ppm超、あるいは約55ppm、あるいはこれらの組み合わせの量の少なくとも1つの架橋剤と、c)成分a)の重量に対して1,100ppm~3,500ppm、あるいは1500~3,250ppmの量の少なくとも1つの連鎖移動剤とを含む。

[0009]

本発明の他の態様は、ポリマーを含む布地ケア組成物を製造する方法、及び前記ポリマーを含む布地ケア組成物で布地を処理する方法を含む。

【発明を実施するための形態】

[0010]

本発明の1つの態様は、成分a)の重量に対して1000ppm超の範囲の連鎖移動剤(CTA)値を有するポリマーを提供することを目的とする。本発明の別の態様は、成分a)の重量に対して5ppm超、あるいは45ppm超の架橋剤を有するポリマーを提供することを目的とする。理論に束縛されるものではないが、このような濃度のCTA及び/又は架橋剤を有すると、驚くべきことに、布地ケア製品における望ましくない曳糸性(stringiness)を最小限に抑えながら、布地ケア組成物において望ましいシリコーン及び/又は香料の付着を提供するポリマーが得られる。

[0011]

ポリマーは、布地ケア組成物に固体の形態で添加してもよく、液体の形態で添加してもよい。エマルション形態が好ましい。エマルションは、好ましくは、 $5 \mu m$ 未満(あるいは  $4 \mu m$ 未満、又は  $3 \mu m$ 未満、又は  $2 \mu m$ 未満、又は  $1 \mu m$ 未満)の平均粒径を有する。粒径は、 $5 \mu m$  なる は  $1 \mu m$  なる に る は  $1 \mu m$  なる に る などは、 $1 \mu m$  なる に る などは、 $1 \mu m$  なる に る などは、 $1 \mu m$  なる に ないできる。

[0012]

ポリマーは、1つの実施形態では、布地ケア組成物の0.001重量%~10重量%含まれる。別の実施形態では、ポリマーは、布地ケア組成物の0.01重量%~0.3重量%、あるいは0.05重量%~0.25重量%、あるいは0.1重量%~0.20重量%、あるいはこれらの組み合わせのポリマーを含む。

[0013]

本発明の1つの実施形態では、成分a)は、5~95重量%(重量%)の少なくとも1つのカチオン性モノマーと5~95重量%の少なくとも1つの非イオン性モノマーとを含む。重量百分率は、コポリマーの総重量に対するものである。

[0014]

本発明の更に別の実施形態では、成分a)は、50~70重量%、好ましくは55~65重量%の少なくとも1つのカチオン性モノマーと、30~50重量%、好ましくは35~45重量%の少なくとも1つの非イオン性モノマーとを含む。重量百分率は、コポリマーの総重量に対する。

[0015]

カチオン性モノマー

好ましいカチオン性モノマーは、ジアリルジアルキルアンモニウムハロゲン化物又は式(I)に係る化合物である:

10

20

30

40

50

### 【化1】

$$R_{1}$$
— $C$ = $C$ = $C$ - $C$ - $X$ - $R_{3}$ - $N$ - $R_{5}$ 
 $R_{6}$ 
(I)

(式中、 10

R」は、水素又はメチルから選択され、好ましくは水素であり、

R<sub>2</sub>は、水素又はC<sub>1</sub> ~ C<sub>4</sub> アルキルから選択され、好ましくは、R<sub>2</sub>は、水素又はメチルから選択され、

(6)

R3は、C1~C4アルキレンから選択され、好ましくはエチレンであり、

 $R_4$ 、  $R_5$  、 及び  $R_6$  は、それぞれ独立して、水素又は  $C_1$  ~  $C_4$  アルキルから選択され、好ましくは、  $R_4$  、  $R_5$  、 及び  $R_6$  は、メチルであり、

Xは、-O-又は-NH-から選択され、好ましくは-O-であり、

### [0016]

アルキル基は、直鎖であっても分岐鎖であってもよい。アルキル基は、メチル、エチル 、プロピル、ブチル、及びイソプロピルである。

# [0017]

1つの実施形態では、式(I)のカチオン性モノマーは、ジメチルアミノエチルアクリレートメチルクロリドである。

# [0018]

非イオン性モノマー

好ましい非イオン性モノマーは、式(II)の化合物である(式中、

## 【化2】

 $R_7 - C = C - C - N R_9$   $R_{10}$  (II)

R<sub>7</sub>は、水素又はメチルから選択され、好ましくは水素であり、

R。は、水素又はC~~C~アルキルから選択され、好ましくは水素であり、

 $R_9$ 及び  $R_{10}$ は、それぞれ独立して、水素又は  $C_{1} \sim C_4$  アルキルから選択され、好ましくは、  $R_9$ 及び  $R_{10}$ は、それぞれ独立して、水素又はメチルから選択される)。

# [0019]

1つの実施形態では、非イオン性モノマーはアクリルアミドである。

[0020]

# 架橋剤

架橋剤 b)は、少なくとも2つのエチレン性不飽和部分を含有する。1つの実施形態では、架橋剤 b)は、少なくとも3以上のエチレン性不飽和部分、好ましくは少なくとも4以上のエチレン性不飽和部分を含有する。

#### [0021]

好適な架橋剤としては、ジビニルベンゼン、テトラアリルアンモニウムクロリド、アリルアクリレート及びメタクリレート、グリコール及びポリグリコールのジアクリレート及びジメタクリレート、ブタジエン、1,7-オクタジエン、アリル-アクリルアミド及びアリル-メタクリルアミド、ビスアクリルアミド酢酸、N,N'-メチレン-ビスアクリ

ルアミド及びポリオールポリアリルエーテル、例えば、ポリアリルサッカロース及びペンタエリスリトールトリアリルエーテル、並びにこれらの混合物を挙げることができる。 1 つの実施形態では、架橋剤は、テトラアリルアンモニウムクロリド、アリル・アクリルアミド及びアリル・メタクリルアミド、ビスアクリルアミド酢酸、及びN,N^・メチレン・ビスアクリルアミド、及びこれらの混合物から選択される。好ましい架橋剤は、テトラアリルアンモニウムクロリドである。

#### [0022]

また、架橋剤の混合物を使用することも好適である。

## [0023]

架橋剤は、(成分a)に基づいて) 0 . 5 p p m ~ 5 0 0 p p m、あるいは 1 0 p p m ~ 4 0 0 p p m、より好ましくは 2 0 p p m ~ 2 0 0 p p m、更により好ましくは 4 0 p p m ~ 1 0 0 p p m、更により好ましくは 5 0 p p m ~ 8 0 p p m の範囲で含まれる。 1 つの実施形態では、架橋剤は、(成分 a)に基づいて) 5 p p m 超である。

## [0024]

連鎖移動剤(CTA)

連鎖移動剤 c )は、メルカプタン、リンゴ酸、乳酸、ギ酸、イソプロパノール、及び次 亜リン酸塩、並びにこれらの混合物から選択される。 1 つの実施形態では、 C T A は、ギ 酸である。

#### [0025]

CTAは、(成分a)に基づいて)100ppm超の範囲で存在する。1つの実施形態では、CTAは、(成分a)に基づいて)100ppm~10,000ppm、あるいは500ppm~4,000ppm、あるいは1,000ppm~3,500ppm、あるいは1,500ppm~3,500ppm、あるいは1,500ppm~2,500ppm、あるいはこれらの組み合わせである。更に別の実施形態では、CTAは、(成分a)に基づいて)1000超である。また、連鎖移動剤の混合物を使用することも好適である

#### [0026]

分子量の範囲

1 つの実施形態では、ポリマーは、1,000,00ダルトン~3,000,000ダルトン、あるいは1,500,00ダルトン~2,500,000ダルトンの数平均分子量(Mn)を含む。

# [0027]

別の実施形態では、ポリマーは、4,000,00ダルトン~11,000,000ダルトン、あるいは4,000,00ダルトン~6,000,00ダルトンの重量平均分子量(Mw)を含む。

## [0028]

A . カチオン性ポリマーの合成

この非限定的な例は、好適なカチオン性ポリマーの調製を示す。水溶性成分の「水相」は、以下の成分を混合することにより調製される:

- 1 6 7 . 3 1 g のアクリルアミド又は N , N ジメチルアクリルアミド、
- 250.97gのメチルクロリド4級化ジメチルアミノエチルアクリレート、
- 0.64gの封鎖剤(sequesterant)、
- 0 . 1 4 g の臭素酸カリウム、及び

以下の表1aに従って、対応する量の連鎖移動剤及び架橋剤。

#### [0029]

20分間窒素ガスにより水相から酸素を除去する。

### [0030]

連続「油相」は、370gのExxsol(登録商標)D100(脱芳香族化炭化水素溶媒)(非イオン性乳化剤を含有する)と共に混合することにより調製される。20分間窒素ガスにより連続相から酸素を除去する。

10

20

30

30

40

#### [0031]

次いで、モノマー溶液を連続相に添加し、ホモジナイザーで乳化する。エマルションの温度を25 に調整する。0.14gの亜硫酸ナトリウム(2.4% vol/vol溶液)を添加することにより混合を開始する。

# [0032]

発熱反応が完了すると、油中水型エマルションが形成される。

#### [0033]

エマルションポリマーは、約200nmの平均粒径を有する。

#### [0034]

分子量を測定するのに好適な方法は、流れ場流動分画、 Eclipse2、多重光散 乱検出器 DawnEos、及び濃度計 R.I.OptilabDsP(Wyatt) (スペーサ  $350\mu$ 1、注入ポンプ 0.2m1/分、 Nadir10kDReg.Cel.Membrane) を用いる。エマルションから粉末としてポリマーを分離し、次いで、水に再溶解させる(3g/L)。 0.5MoNaCl溶液を用いて、溶液を 0.3g/Lに更に希釈した。最後に、 $50\mu$ Lのサンプルを  $5\mu$ mのフィルターを通して濾過した後、dn/dc0.150mL/gで流れ場流動分画、多角度レーザ光散乱に注入する。

#### [0035]

表 1 は、様々な量の連鎖移動剤を含む布地ケア製品のイオン性回復(ionic regain)、シリコーンの付着、及び曳糸性を報告する。

# 【表1】

表 1 a

実施例	アクリルアミドの重量比 (DMAEA <sup>1</sup> に対する)	DMAEAの重量比 (アクリルアミドに 対する)	連鎖移動剤 (ppm)²	架橋剤(ppm) <sup>3</sup>	イオン性回復4	シリコーンの付着 <sup>5</sup> (ug/g布地)	布地ケア製品の 曳糸性 <sup>6</sup>
1	40	60	500	55	27%	248	0. 7489
2	40	60	2, 000	55	6. 6%	287	0. 2061
3	40	60	5, 000	55	2. 6%	230	0. 1527

- 1 ジメチルアミノ・エチル・アクリレート,メチルクロリド
- <sup>2</sup> ギ酸は、連鎖移動剤であり、成分a)に基づく百万分率(ppm)として表される。
- $^3$  テトラアリルアンモニウムクロリド、成分 a )に基づく百万分率(p p m )として表される。
- <sup>4</sup> イオン性回復は、(×・y)/× × 1 0 0 (式中、×は標準的な剪断力を適用した後に測定されるイオン性であり、 y は標準的な剪断力を適用する前のイオン性である)として計算される。
- <sup>5</sup>製品中3%におけるポリジメチルシロキサンの付着。以下の「方法」の部分を参照されたい。
  - ⓑ製品中0.2%のポリマーにおける。以下の「方法」の部分を参照されたい。

#### 【表2】

表1 b

実施例	Mn×10 <sup>6</sup> ダルトン	Mw×10 <sup>6</sup> ダルトン	多分散指数	回転半径 (nm)	場流動分画の回復
1	2. 6	9	3. 46	230	85%
2	1. 7	5. 6	3. 29	270	80%
3	2. 2	6. 3	2. 86	245	70%

## [0036]

表1 a 及び1 b に示す通り、実施例2(2,000 p p m(すなわち、1,000 p p m超)の濃度の連鎖移動剤と55 p p m(すなわち、5 p p m超)の濃度の架橋剤とを有する)は、シリコーンの付着の平衡を保ち、曳糸性を軽減する、布地ケア組成物において好ましいポリマーである。

10

20

30

40

#### [0037]

理論に束縛されるものではないが、布地ケア組成物(例えば、布地柔軟仕上げ剤)は、典型的に、カチオン性活性物質の小胞(例えば、二尾部エステル 4 級アンモニウム化合物を含有する小胞)を含有する。これらカチオン性活性物質は、典型的に、小胞形態で分散する。カチオン性小胞の付着助剤ポリマーへの相互作用は、(少なくとも部分的に)系のレオロジー、相の安定性、及び曳糸性を決定する。多くの要因が、系のレオロジー、相安定性、曳糸性に影響を与える。これは、小胞の大きさ、カチオン性付着ポリマーの分子量(例えば、一般的に分子量が大きいほど、付与される粘度が高い)、カチオン性付着助剤ポリマーの大きさ(例えば、一般的に多分散性が低いほど、そしてカチオン性付着助剤ポリマーとが近いほど好ましい)、及び利用可能な電荷(例えば、カチオン性付着助剤ポリマーとかにいるではである。カチオン性付着助剤ポリマーにおける利用可能なカチオン性電荷が増加するにつれて、両方の粒子のカチオン性のために小胞との相互作用が減少し、それにより曳糸性が低下する。

### [0038]

利用可能な電荷及び分子量が増加すると、疎水性活性物質(例えば、シリコーン)の付着効率が増加する。理論に束縛されるものではないが、高電荷量が、シリコーンを乳化する持ち越し界面活性剤と相互作用し、活性物質を標的表面(例えば、布地)に運ぶ。

#### [0039]

#### イオン性回復

本発明の1つの態様は、25%未満のイオン性回復を有し、好ましくはカチオン性であるポリマーを提供する。別の実施形態は、20%、又は15%、又は10%、又は8%未満のイオン性回復を有するポリマーを含む。あるいは、更に、イオン性回復は、1%~20%、又は2%~15%、又は3%~10%、又は4%~9%、又はこれらの組み合わせである。

## [0040]

イオン性回復(IR)は、(x-y)/x-x100(式中、xは標準的な剪断力を適用した後に測定されるイオン性であり、yは標準的な剪断力を適用する前のイオン性である)として計算される。

## [0041]

これらIR値は、脱イオン水であるポリマーの1%組成物を形成し、これを2時間エージングし、次いで、それを0.1%活性ポリマーに更に希釈することにより最もよく求められる。ポリマーのイオン性yは、Kock‐Light LaboratoriesLimitedの刊行物4/77 KLCD‐1に記載されている通りコロイド滴定により測定される。(あるいは、BP No.1,579,007に記載されている方法を用いてyを求めることも可能である。)剪断後のイオン性×は、標準的な剪断力に供した後のイオン性を同技術により測定することにより求められる。

# [0042]

剪断力は、直径約8 c m の、基部に直径約6 c m の回転可能な刃を備え、前記刃の一方の腕部が約45 ° 上方を向き、他の腕部が約45 ° 下方を向いている実質的に円筒形のポット内の溶液200 m L に最もよく適用される。刃の厚さは約1 m m であり、ポットの基部において10分間16 , 500 p p m で回転する。これら条件は、Moulinexホモジナイザーを用いることにより最もよく提供されるが、Kenwood、Hamilton Beach、Iona、若しくはOsterizerブレンダー等のキッチンブレンダー又はワーリングブレンダーを用いて他の満足のいく条件を提供することもできる。

### [0043]

実際、剪断力の正確な条件は、比較的重要ではない、その理由は、剪断力の程度が指定の桁と同じ桁である限り、IR値は、剪断力の量、例えば、持続時間がかなり大きく変化しても大きな影響は受けないが、低量の剪断力(例えば、16,500pmで1分間)では、IRは剪断力の小さな変化により大きな影響を受けることが見出される。したがって、都合のよいことに、×の値は、高速刃を用いて、更なる剪断力がイオン性をほとんど

10

20

30

40

又は全く更に変化させない時点で求められる。これは、一般的に、10分間の剪断を必要とするが、時に、より長い時間、例えば冷却しながら30分間以下が望ましい場合もある

[0044]

規定の剪断力は、ポリマー溶液に適用される剪断力ではなく、その代わり、本発明で用いることができるポリマーの特性を規定できる分析技術として適用される剪断力であることを理解すべきである。

- [0045]
  - B . 合成方法

本発明の好適なカチオン性ポリマーの別の非限定的な調製は、以下の通りである。

10

20

[0046]

水溶性成分の「水相」は、以下の成分を混合することにより調製される:

- 0.3部のクエン酸-1-水和物、
- 0,2部の五ナトリウムジエチレントリアミン五酢酸の40%溶液(~etralonB~)、
  - 17.0部の水、
  - 0.2部のメチレン・ビス・アクリルアミド、
  - 0.63部の次亜リン酸ナトリウム、及び
  - 8 1 . 6 1 部のメチルクロリド 4 級化ジメチルアミノエチルアクリレート。
- [0047]

「油相」は、以下の成分を混合することにより調製される:

- 2.8部のソルビタンモノオレエート、
- 21.4部の高分子安定剤(溶媒中20%)、
- 51.1部の2-エチルヘキシルココエート、及び
- 24.7部のExxsolm D40(脱芳香族化炭化水素溶媒)。
- [0048]

1部の油相に対して1.4部の水相の比で、高剪断下にて2つの相を混合して、油中水型エマルションを形成する。

[0049]

得られた油中水型エマルションを、窒素スパージ管、撹拌棒、及び温度計を備える反応 器に移す。エマルションを窒素でパージして、酸素を除去する。

30

[0050]

メタ重亜硫酸ナトリウム及び三級ブチルヒドロペルオキシドのレドックスカップルを添加することにより重合させる。

[0051]

等温になった後、フリーラジカル反応開始剤(vazom 67)を添加し、エマルションを75分間85 で保持する。

[0052]

真空蒸留を実施して水及び揮発性溶媒を除去して、ポリマー固形分 5 0 %の最終生成物を得る。

40

[0053]

この生成物に、(最終生成物の重量に対して) 6 部の脂肪族アルコールアルコキシレート(PPGI-トリデセス 6)を添加する。

[0054]

シリコーン

本発明のポリマーは、製品の望ましくない曳糸性を最小限に抑えながら、シリコーンの付着を強化する。本発明の1つの態様は、シリコーンを含む布地ケア組成物を提供する。本明細書で使用するシリコーンという用語は、最も広義において、(本発明の布地ケア組成物を用いた際)布地に望ましい効果を付与するシリコーン又はシリコーンを含む化合物を含む。「シリコーン」は、好ましくは、特に明記しない限り、市販されているもの、並

びに組成物中で乳化及び/又はマイクロエマルション化しているものを含む、乳化及び/ 又はマイクロエマルション化シリコーンを指す。

#### [0055]

1つの実施形態では、シリコーンは、ポリジアルキルシリコーン、あるいはポリジメチルシリコーン(ポリジメチルシロキサン又は「PDMS」)、又はこれらの誘導体である。別の実施形態では、シリコーンは、アミノ官能性シリコーン、アルキルオキシル化シリコーン、エトキシル化・プロポキシル化シリコーン、4級シリコーン、又はこれらの組み合わせから選択される。布地ケア組成物中のシリコーンの濃度としては、布地ケア組成物の約0.01重量%~約20重量%、あるいは約0.1重量%~約10重量%、あるいは約0.2重量%~約5重量%、あるいは約0.4重量%~約3重量%、あるいはこれらの組み合わせを挙げることができる。

#### [0056]

本発明において有用なシリコーンの幾つかの非限定的な例は、ポリジメチルシロキサンガム及び流体等の非揮発性シリコーン流体、式  $[(CH_3)_2SiO]_n(式中、n$ は約3~約7、好ましくは約5である)の環状シリコーン流体又は式( $CH_3)_3SiO[(CH_3)_2SiO]_mSi(CH_3)_3(式中、mは0以上であってよい)を有する直鎖状シリコーンポリマー流体であり得、シリコーン流体の25 における粘度が好ましくは5×10 <math>^{-6}$  m / s  $^2$  (5センチストークス)以下であるような平均値を有する揮発性シリコーン流体である。

#### [0057]

本発明の組成物において有用であり得るシリコーンのうちの 1 種は、以下の構造を有するポリアルキルシリコーンである:

 $A - - (Si(R_2) - - O - - [Si(R_2) - - O - - ]_q - - Si(R_2) - A$  シロキサン鎖(R)又はシロキサン鎖の末端(A)で置換されるアルキル基は、得られるシリコーンが室温で流体のままである限り、任意の構造を有してよい。

#### [0058]

各R基は、好ましくは、約8未満、好ましくは約6未満の炭素原子を有するアルキル、ヒドロキシ、又はヒドロキシアルキル基、及びこれらの混合物であり、より好ましくは、各R基は、メチル、エチル、プロピル、ヒドロキシ基、及びこれらの混合物である。最も好ましくは、各R基はメチルである。アリール、アルキルアリール、及び/又はアリールアルキル基は、好ましくない。シリコーン鎖の末端をブロックする各A基は、水素、メチル、メトキシ、エトキシ、ヒドロキシ、プロポキシ、及びこれらの混合物であり、好ましくはメチルである。 q は、好ましくは約7~約8,000の整数である。

## [0059]

シリコーンのうちの1種としては、ポリジメチルシロキサンが挙げられ、好ましくは、25 で約1×10<sup>5</sup> ~約1m/s<sup>2</sup> (約10~約1000,000センチストークス)の粘度を有するポリジメチルシロキサンである。揮発性シリコーン及び不揮発性ポリジメチルシロキサンの混合物もまた好ましい。好ましくは、シリコーンは、疎水性で、刺激がなく、非毒性であり、その他の点でも布地に適用されたとき又はヒトの皮膚と接触したときに有害ではない。更に、シリコーンは、組成物の他の成分と適合し、通常の使用及び保存条件下で化学的に安定であり、且つ布地に付着することができる。

## [0060]

他の有用なシリコーン材料としては、以下の式の材料を挙げることができる:  $HO--[Si(CH_3)_2--O]_x--\{Si(OH)[(CH_2)_3--NH--(CH_2)_2--NH_2]O\}_y-H$ 

(式中、 x 及び y は、シリコーンの分子量に依存する整数であり、好ましくは 2.5 で 約 0.01 m  $^2$  / s ( 1.0 , 0.00 c S t ) ~約 0.5 m  $^2$  / s ( 5.00 , 0.00 c S t ) の粘度を有する)。この物質はまた、「アモジメチコン」としても既知である。多数、例えば約 0.5 ミリモル当量を超える数のアミン基を有するシリコーンを使用することが

10

20

30

40

できるが、それらは布地の黄変を引き起こす可能性があるため好ましくない。

## [0061]

同様に、使用できるシリコーン材料は以下の式に相当する:

 $(R^{1})_{a}$   $G_{3-a}$  - Si -  $(-OSiG_{2})_{n}$  -  $(OSiG_{b}(R^{1})_{2})_{n}$ 

 $_{-b}$  )  $_{m}$  - - O - - S i G  $_{3-a}$  ( R  $^{1}$  )  $_{a}$ 

a) -- N(R<sup>2</sup>)CH<sub>2</sub> -- CH<sub>2</sub> -- N(R<sup>2</sup>)<sub>2</sub>

10

- b) -  $N(R^2)_2$
- c) - N + ( R <sup>2</sup> ) <sub>3</sub> A <sup>-</sup> 、及び
- d) - N + ( $R^2$ )  $CH_2$  -  $CH_2$  N +  $H_2$  A

式中、各 R  $^2$  は、水素、 C  $_1$  ~ C  $_5$  飽和炭化水素ラジカルからなる群より選択され、各 A  $^-$  は、適合性アニオン、例えば、ハロゲン化物イオンを表し、

 $R^3$  - - N + (  $CH_3$  )  $_2$  - - Z - - [  $Si(CH_3)$   $_2$  O ]  $_f$  - -  $Si(CH_3)$   $_2$  - - Z - N + (  $CH_3$  )  $_2$  - -  $R^3$  . 2  $CH_3$  C O O  $^-$  式中、

- a)  $z = CH_2 CH(OH) CH_2 O CH_2)_2 -$
- b) R<sup>3</sup>は、長鎖アルキル基を表し、
- c) fは、少なくとも約2の整数を表す。
- [0062]

本明細書中の式において、それぞれの定義は個々に適用され、平均が含まれる。

[0063]

別のシリコーン材料としては、以下の式のものを挙げることができる:

 $(CH_3)_3 - -Si - -[OSi(CH_3)_2]_n - -\{--O--Si(CH_3)\}$ 

 $[(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> - NH - (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> - NH<sub>2</sub>] \}<sub>m</sub> OSi(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>$ 

(式中、n及びmは上記と同様である)を有する。この種の好ましいシリコーンは、布 地の変色を引き起こさないものである。

[0064]

30

20

1 つの実施形態では、シリコーンは、オルガノシロキサンポリマーである。このようなシリコーンの非限定的な例としては、米国特許第6,815,069号、同第7,153,924号、同第7,321,019号、及び同第7,427,648号が挙げられる。

[0065]

あるいは、シリコーン材料は、非シリコーン分子の部分又は一部として提供されてもよい。このような材料の例は、典型的にブロック及び / 又はグラフトコポリマーとして存在するシリコーン部分を含有するコポリマーである。

本発明のポリマーは、製品の望ましくない曳糸性を最小限に抑えながら、香料の付着を

[0066]

香料

強化する。本発明の1つの態様は、香料を含む布地ケア組成物を提供する。本明細書で使用するとき、用語「香料」は、後に水性浴及び/又はそれと接触する布地に放出される任意の発香性材料を示すために用いられる。香料は、ほとんどの場合、周囲温度で液体である。アルデヒド、ケトン、及びエステル等の材料を含む広範囲にわたる化学物質が香料として使用するために公知である。より一般的には、様々な化学成分の複雑な混合物を含む天然起源の植物油及び動物油並びに滲出物が、香料としての使用で知られている。本明細書における香料は、組成が比較的単純なものであってもよく、又は天然及び合成の化学成分の高度に洗練された複雑な混合物を含んでもよく、全て任意の所望の香りを提供するように選択される。香料の例は、例えば、米国特許出願公開第2005/0202990

A 1号の段落47~81に記載されている。純香料の例は、米国特許第5,500,13

50

20

30

40

50

8号、同第5,500,154号、同第6,491,728号、同第5,500,137号、及び同第5,780,404号に開示されている。また、香料固定剤及び/又は香料キャリア材料が含まれてもよい。米国特許出願公開第2005/0202990 A1号の段落82~139に記載されている。好適な香料送達系、特定の香料送達系の製造方法、及びこのような香料送達系の使用は、米国特許出願公開第2007/0275866 A1号に開示されている。1つの実施形態では、布地ケア組成物は、布地ケア組成物の0.01重量%~5重量%(あるいは0.5重量%~3重量%、又は1重量%~2重量%)の純香料を含む。

# [0067]

1 つの実施形態では、本発明の組成物は、香料マイクロカプセル(PMC)、好ましく は脆砕性PMCに封入されている香料油を含む。好適な香料マイクロカプセルとしては、 以下の参照文献に記載されているものを挙げることができる、米国特許出願公開第200 3 - 2 1 6 4 8 8 A 1 号、同第 2 0 0 3 - 1 5 8 3 4 4 A 1 号、同第 2 0 0 3 - 1 6 5 6 9 2 A 1 号、同第 2 0 0 4 - 0 7 1 7 4 2 A 1 号、同第 2 0 0 4 - 0 7 1 7 4 6 A 1 号、同第 2 0 0 4 - 0 7 2 7 1 9 A 1 号、同第 2 0 0 4 - 0 7 2 7 2 0 A 1 号 、欧州特許出願公開第1393706 A1号、米国特許出願公開第2003-2038 29 A1号、同第2003-195133 A1号、同第2004-087477 A 1号、同第2004-0106536 A1号、同第2008-0305982 A1号 、同第 2 0 0 9 - 0 2 4 7 4 4 9 A 1 号、米国特許第 6 6 4 5 4 7 9 号、同第 6 2 0 0 9 4 9 号、同第 5 1 4 5 8 4 2 号、同第 4 8 8 2 2 2 0 号、同第 4 9 1 7 9 2 0 号、同第 4514461号、同第4,234627号、同第4081384号、米国再発行特許第 32713号、米国特許第4234627号、同第7,119,057号。別の実施形態 では、香料マイクロカプセルは、脆砕性マイクロカプセルを含む。別の実施形態では、シ ェルは、アミノプラストコポリマー、特にメラミン・ホルムアルデヒド若しくは尿素・ホ ルムアルデヒド、又は架橋メラミンホルムアルデヒド等を含む。カプセルは、App1e ton Papers Inc.(Appleton, Wisconsin USA)か ら得ることができる。ホルムアルデヒドスカベンジャーを用いてもよい。

#### [0068]

# 布地柔軟剤活性物質

液体布地柔軟仕上げ組成物(DOWNYに含有されているもの等)は布地柔軟仕上げ活 性物質を含む。布地柔軟仕上げ剤活性物質の分類の1つとしては、カチオン性界面活性剤 が挙げられる。カチオン性界面活性剤の例としては、4級アンモニウム化合物が挙げられ る。代表的な4級アンモニウム化合物としては、アルキル化4級アンモニウム化合物、環 状又は環式4級アンモニウム化合物、芳香族4級アンモニウム化合物、ジ4級アンモニウ ム化合物、アルコキシル化4級アンモニウム化合物、アミドアミン4級アンモニウム化合 物、エステル4級アンモニウム化合物、及びこれらの混合物が挙げられる。(小売りに好 適な)最終布地柔軟仕上げ組成物は、最終組成物の約1重量%~約30重量%、あるいは 約10重量%~約25重量%、あるいは約15重量%~約21重量%、あるいは約1重量 % ~ 約5 重量%、あるいはこれらの組み合わせの布地柔軟仕上げ剤活性剤を含む。布地柔 軟仕上げ組成物及びその成分は、米国特許出願第2004/0204337号で概述され ている。1つの実施形態では、布地柔軟仕上げ組成物はいわゆるリンス添加組成物である 。このような実施形態では、組成物は、洗浄性界面活性剤を実質的に含まず、あるいはア ニオン性界面活性剤を実質的に含まない。別の実施形態では、布地柔軟仕上げ組成物のp Hは、酸性であり、例えば、pH 2~5、あるいは2~4、あるいは2~3、あるいは これらの組み合わせである。更なる別の実施形態では、布地柔軟仕上げ剤活性物質は、D EEDMAC(例えば、ジタローオイルエタノールエステルジメチルアンモニウムクロリ ド)である。DEEDMACは、モノ及びジ・脂肪酸エタノールエステルジメチル4級ア ンモニウムを意味し、モノ及びジ・エステル化合物を形成し、続いてアルキル化剤で4級 化するための、直鎖脂肪酸、メチルエステル、及び/又はトリグリセリド(例えば、タロ ー、パーム油等の動物性及び/又は植物性の脂肪並びに油)並びにメチルジエタノールア

20

30

50

ミンの反応生成物である。 1 つの実施形態では、布地柔軟仕上げ剤活性物質は、脂肪酸部分の平均鎖長が 1 6 ~ 1 8 炭素原子であり、遊離脂肪酸について計算されるヨウ素価( I V ) がが 0 ~ 5 0 、好ましくは 1 5 ~ 2 5 であるビス - ( 2 - ヒドロキシエチル ) - ジメチルアンモニウムクロリド脂肪酸エステルである。

## [0069]

ポリエチレンイミン ( P E I )

本発明の1つの態様は、ホモポリマーポリエチレンイミン(「PEI」)に基づくポリマーアミンと本発明のポリマーとの併用を提供する。PEIの一般式は、 - (CH $_2$  - CH $_2$  - NH) $_n$  - (n = 10 ~ 10  $^5$  である)である。ホモポリマーPEIは、規定の比の一級、二級、及び三級アミン官能基を有する分岐球状ポリアミンであってよい。PEIは、エチレンイミンモノマーの重合により作製することができる。本発明のPEIは、完全に直鎖状のポリマーではなく、一級、二級、及び三級アミンを含む部分的分岐ポリマーである。

# [0070]

PEIは、約30% ~ 約40%、あるいは約32% ~ 約38%、あるいは約34% ~ 約36%、あるいはこれらの組み合わせの一級アミン率を含み得る。 PEIは、約30% ~ 約40%、あるいは約32% ~ 約38%、あるいは約34% ~ 約36%、あるいはこれらの組み合わせの二級アミン率(NMR( $^{13}$ C))を含み得る。 PEIは、約25% ~ 約35%、あるいは約27% ~ 約33%、あるいは約29% ~ 約31%、あるいはこれらの組み合わせの三級アミン率を含み得る。

#### [0071]

PEIは、光散乱に基づいて、2,000~11,000、あるいは2,500~8,000、あるいは3,000~7,000、あるいは4,000~6,000、あるいは これらの組み合わせの分子量範囲(Mw)を有し得る。

#### [0072]

PEIは、pH 4.5で15~19、あるいは16~18、あるいは約17、あるいはこれらの組み合わせの電荷密度(meq/g)を有し得る。

#### [0073]

PEIは、布地ケア組成物の 0 . 0 1 重量% ~ 5 重量%、あるいは 0 . 0 5 重量% ~ 1 重量%、あるいは 0 . 1 重量% ~ 0 . 2 5 重量%、あるいはこれらの組み合わせ含まれ得る。

# [0074]

PEIの例としては、BASF製のLUPASOL G100シリーズの化合物を挙げることができる。以下の表は、数平均分子量(Mn)、重量平均分子量(Mw)、Z平均分子量(Mz)、及び多分散指数(PDI)を要約する。

# 【表3】

## LUPASOL分子量表:

	LUPASOL G100 (50%活性)	LUPASOL G100B (47.7%活性)	LUPASOL G100B (45.4%活性)	
Mn	6. 2336E+03	9. 7160E+03	1. 2453E+04	40
Mw	1. 9543E+04	6. 8277E+04	6. 4359E+04	
Mz	1. 3877E+05	1. 5975E+05	2. 0534E+05	
PDI	3 14	7 03	5 17	

## [0075]

## 布地の処理

本発明の布地ケア組成物を用いて、用量を洗濯機に投入又は直接布地に塗布(例えば、噴霧)することにより、布地を処理することができる。布地ケア組成物は、粉末の形態であっても液体の形態であってもよい。組成物は、単位用量として洗濯機に投入してもよく、複数の用量を含有する容器(例えば、分注キャップ)から分注してもよい。単位用量の

例は、水溶性ポリビニルアルコールフィルムに入れられた組成物である。

## [0076]

方法

(i)シリコーンの付着及び(ii)布地ケア製品の曳糸性を評価する方法を以下に詳述する。

## [0077]

(i)布地に対するシリコーン付着の評価。すすぎサイクル中、17.5%のビス‐(2‐ヒドロキシエチル)‐ジメチルアンモニウムクロリド脂肪酸エステル、1%のポリジメチルシロキサン、及び0.1%のそれぞれのポリマー(すなわち、実施例1~3)(全て液体柔軟仕上げ剤組成物の重量に対して)を含有する本発明の液体柔軟仕上げ剤で布地を処理する。すすぎの完了後、乾燥機で布地を乾燥させ、布地を小片に切断し、布地1g当たりの付着したシリコーン量を分析する。抽出溶媒を選択する。無極性シリコーンの場合、抽出溶媒は、トルエン/メチルイソブチルケトン(50%//50%)である。極性シリコーンの場合、抽出は、メチイソブチルケトン/メタノール/AE3S(84.45%/15.5%/0.05%)である。付着したシリコーンの量をICP/MSにより求める。

### [0078]

ii)布地ケア製品の曳糸性の評価。カチオン性付着助剤ポリマーを水に溶解させ、15.3%のビス・(2・ヒドロキシエチル)・ジメチルアンモニウムクロリド脂肪酸エステル、及び0.2%のそれぞれのポリマー(すなわち、実施例1~3)(全て液体柔軟仕上げ剤組成物の重量に対して)を含有する液体柔軟仕上げ剤に添加する。1.0 NのHC1を用いて各混合物のpHを約3.5 にする。曳糸性は、Capi11ary Breakup Extensiona1レオメータ(Thermo Fisher Scientific HAAKE CaBER(商標)1)を用いて測定する。製造業者から供給される必要なソフトウェアを用いて、以下の表の通り機器の設定を調整する。サンプルをロードした後、測定を開始し、機器と共に供給されるか又はオンラインで製造業者のウェブサイトから入手可能である詳細なHAAKE CaBER 1操作マニュアルに記載の通り自動的にデータを収集する。データは、分裂までの臨界時間(秒で表される)である

【表4】

Thermo Fisher Scientific HAAKE

CaBER(商標)1において用いられる設定の説明:

C t D D t (min) Train C/ii Sho D t C/ii Sho					
1. 84					
10-10 <sup>6</sup> mPas					
標準=6mm					
周囲					
0. 1nmm					
10ms					
リニアドライブ					
0. 996mm					
6. 29mm					
0s~6s					
5					

# 【実施例】

## [0079]

以下は本発明の布地ケア組成物の非限定例である。

20

10

30

# 【表5】

(重量%)	I	II	III	IV	V
FSA <sup>a</sup>	12	21	18	14	12
FSA <sup>b</sup>					
FSA°					
低分子量アルコール	1. 95	3. 0	3. 0	2. 28	2. 28
レオロジー変性剤 <sup>d, e,</sup>	1. 25 <sup>d</sup>		0. 2 <sup>e</sup>		0. 2 <sup>e</sup>
香料	1. 50	2. 3	2. 0	1. 50	1. 50
香料封入	0. 6	0. 3	0. 4		0. 15
相安定化ポリマー「	0. 25			0. 142	0. 25
泡抑制剤®					
塩化カルシウム	0. 10	0. 12	0. 1	0. 45	0. 55
DTPA <sup>h</sup>	0. 005	0. 005	0. 005	0. 005	0. 005
防腐剤(ppm) <sup>i</sup>	5	5	5	5	5
消泡剤	0. 015	0. 15	0. 11	0. 011	0. 011
ポリエチレンイミン	0. 15	0. 05		0. 1	
カチオン性アクリレートアクリルアミド コポリマー <sup>™</sup>	0. 1	0. 1	0. 2	0. 05	O. 1
PDMSエマルション <sup>n</sup>		0. 5	1	2. 0	
安定化界面活性剤 <sup>°</sup>			0. 5	0. 2	0. 2
オルガノシロキサンポリマー。	5				
アミノ官能シリコーン					5
染料(ppm)	40	11	30	40	40
塩化アンモニウム	0. 10	0. 12	0. 12	0. 10	0. 10
HCI	0. 010	0. 01	0. 10	0. 010	0. 010
脱イオン水	残部	残部	残部	残部	残部

10

## 【表6】

(重量%)	VI	VII	VIII	ΙΧ	Х	XI	XII
FSA <sup>a</sup>	16	12	5	5			
FSA <sup>b</sup>					3. 00		
FSA°						7	
FSA <sup>z</sup>							12
低分子量アルコール	1. 50	2. 68	0. 81	0. 81	0. 3	0. 9	
レオロジー変性剤 <sup>d. e.</sup>			0. 42 <sup>d</sup>	0. 25°	0. 5 <sup>d</sup>	O. 70 <sup>d</sup>	
香料	2. 20	1. 50	0. 60	0. 60	1. 30	0.8~1.5	2. 4
香料封入	0. 4	0. 25		0. 3	0. 1		
相安定化ポリマー「		0. 25					
泡抑制剤 <sup>®</sup>			0. 1			0. 1	
塩化カルシウム	0. 350	0. 545				0. 1~0. 15	0. 05
DTPA <sup>h</sup>	0. 005	0. 007	0. 002	0. 002	0. 20		0. 05
防腐剤(ppm)i	5	5	5	5		250	75
消泡剤	0. 011	0. 011	0. 015	0. 015			0. 005
ポリエチレンイミン <sup>!</sup>		0. 1		0. 05			
カチオン性アクリレートアクリルアミド コポリマー <sup>™</sup>	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1	0. 1~0. 2	0. 1
PDMSエマルション <sup>n</sup>			0. 25				
安定化界面活性剤 <sup>。</sup>	0. 1	0. 2					
オルガノシロキサンポリマー゜	2					0~5. 0	3. 0
アミノ官能シリコーン		2				0~5.0	
染料(ppm)	40	40	30	30	11	30~300	30~300
塩化アンモニウム	0. 10	0. 115					
HCI	0. 010	0. 010	0. 011	0. 011	0. 016	0. 025	0. 01
脱イオン水	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部

 $^{a}$  N , N -  $ec{y}$  (  $ec{y}$   $ec{y}$  e

b メチル・ビス(タローアミドエチル)・2・ヒドロキシエチルアンモニウムメチルサルフェート。

「脂肪酸とメチルジエタノールアミンとのモル比1.5:1での反応生成物を塩化メチルで4級化して得られる、N,N-ビス(ステアロイル・オキシ・エチル)N,N-ジメチルアンモニウムクロリドとN-(ステアロイル・オキシ・エチル)N-ヒドロキシエチルN,Nジメチルアンモニウムクロリドとの1:1モル混合物。

<sup>2</sup> ヨウ素価が40である脂肪酸とメチル/ジイソプロピルアミンとの、脂肪酸のアミンに対するモル比が約1.86~2.1である反応生成物であって、硫酸メチルで4級化された反応生成物。

d National Starchから商品名HYLON VII(登録商標)として入手可能なカチオン性高アミローストウモロコシデンプン。

へ、う能なのからでは高くこと ハークとロゴックング。 ・ Cibaから商品名Rheovis CDEとして入手可能なカチオン性ポリマー

「 米国特許第5,574,179号、第15段、1~5行目に記載の式(式中、各Xはメチルであり、各nは40であり、uは4であり、各R1は本質的に1,4-フェニレン部分であり、各R2は、本質的にエチレン、1,2-プロピレン部分、又はこれらの混合物である)を有するエチレンオキシドとテレフタレートとのコポリマー。

g Wacker製のSE39。

<sup>h</sup> ジエチレントリアミン五酢酸。

i Rohm and Haas Co.から入手可能なKoralone B-11 9、「PPM」は、「百万分率」である。

<sup>j</sup> Dow Corning Corp.から商品名DC2310として入手可能なシ リコーン消泡剤。 10

20

20

30

- ¹ BASFから商品名Lupasolとして入手可能なポリエチレンイミン。
- m 実施例2のカチオン性アクリレートアクリルアミドコポリマー。
- <sup>n</sup> Dow Corningから商品名DC346として入手可能なポリジメチルシロキサンエマルション。
- 。 両方ともAkzo Nobel製のTWEEN 20等の非イオン性界面活性剤、 又はBerol 648及びEthoguad C 25等のカチオン性界面活性剤。
- $^p$  Wacker Silicones, Munich, Germanyから市販されているヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)、及びa,wシリコーンジオール、及び1,3-プロパンジアミン、N'-(3-ジメチルアミノ)プロピル)-N,N-ジメチル-Jeffcat Z130)又はN-(3-ジメチルアミノプロピル)-N,Nジイソプロパノールアミン(Jeffcat ZR50)の反応により作製されるオルガノシロキサンポリマー縮合物。

#### [0800]

本明細書に開示した寸法及び値は、記述された正確な数値に厳しく限定されるものと理解すべきでない。むしろ、特に言及しない限り、そのようなそれぞれの寸法は、記述された値と、その値の周辺の機能的に同等の範囲との両方を意味することを意図する。例えば、「40mm」として開示された寸法は、「約40mm」を意味することを意図する。

#### [0081]

相互参照されるか又は関連する全ての特許又は特許出願を含む、本願に引用される全ての文書を、特に除外すること又は限定することを明言しない限りにおいて、その全容にわたって本願に援用するものである。いずれの文献の引用も、こうした文献が本願で開示又は特許請求される全ての発明に対する先行技術であることを容認するものではなく、また、こうした文献が、単独で、あるいは他の全ての参照文献とのあらゆる組み合わせにおいて、こうした発明のいずれかを参照、教示、示唆又は開示していることを容認するものでもない。更に、本文書において、用語の任意の意味又は定義の範囲が、参考として組み込まれた文書中の同様の用語の任意の意味又は定義と矛盾する場合には、本文書中で用語に割り当てられる意味又は定義に準拠するものとする。

#### [0082]

本発明の特定の実施形態が例示され記載されてきたが、本発明の趣旨及び範囲から逸脱することなく他の様々な変更及び修正を実施できることが、当業者には自明であろう。したがって、本発明の範囲内にあるそのような全ての変更及び修正を添付の特許請求の範囲で扱うものとする。

#### フロントページの続き

(74)代理人 100152423

弁理士 小島 一真

(72)発明者 ヨナス、ギゾー

アメリカ合衆国オハイオ州、ウエスト、チェスター、テニソン、ドライブ、6111

(72)発明者 マシュー、ローレンス、リンチ

アメリカ合衆国オハイオ州、マリーモント、ハーバード、エーカーズ、3769

(72)発明者 バレンティン、セプス

ドイツ連邦共和国グラースヒュッテン、イトシュタイナー、ベーク、6

(72)発明者 トラビス、カイル、ホグドン

アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティー、イースト、エイス、ストリート、325

(72)発明者 マーシャ、メアリー、ケッチャ

アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティー、フォンテーヌ、コート、8117

(72)発明者 ロレンツォ、マッテオ、ピエール、グアルコ

ベルギー国ベー 1120、ブリュッセル、リュ、デ、クロワ、ド、ゲル、181、ベ1

(72)発明者 ディーター、ベーク

ドイツ連邦共和国リンブルガーホフ、ツェッペリンベーク、3

(72)発明者 クリストファー、アリサンディー

ドイツ連邦共和国マンハイム、リンデンホフシュトラーセ、102

(72)発明者 フルミング、ジャン メリー

アメリカ合衆国オハイオ州、ウエスト、チェスター、チャペルフィールド、ドライブ、6194

(72)発明者 フランク、フルスコッター

ドイツ連邦共和国バート、ドゥエルクハイム、イム、モンネンガルテン、41

(72)発明者 フィリップ、カイル、ビンソン

アメリカ合衆国オハイオ州、フェアフィールド、ウィンダーメアー、レーン、5803

(72)発明者 ジョディ、リー、ブラウン

アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナティー、デルタ、アベニュ、1307、ナンバー1

# 審査官 家城 雅美

(56)参考文献 特表2005-528538(JP,A)

国際公開第2009/095823(WO,A1)

特表2011-511124(JP,A)

特表平03-505614(JP,A)

特表2006-508274(JP,A)

特表2009-537649(JP,A)

(58)調査した分野(Int.CI., DB名)

D06M13/00-15/715